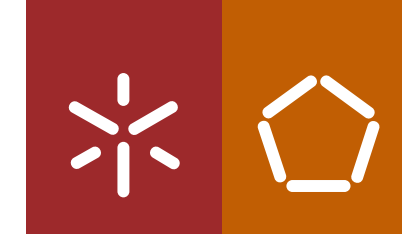




Luís Carlos Silva Faria

Estudo e otimização do processo de
secagem de compósitos cerâmicos abrasivos

Universidade do Minho
Escola de Engenharia





Universidade do Minho
Escola de Engenharia

Luís Carlos Silva Faria

Estudo e otimização do processo de
secagem de compósitos cerâmicos abrasivos

Tese de Mestrado
Ciclo de Estudos Integrados Conducentes ao
Grau de Mestre em Engenharia de Materiais

Trabalho efetuado sob a orientação do
Professor Doutor Delfim Soares
Professor Doutor Mário Pereira

outubro de 2013

Agradecimentos

Apesar de uma tese de mestrado ser um trabalho individual, há sempre contributos que não podem deixar de ser mencionados. Por isso, este espaço é dedicado a todos aqueles que deram a sua contribuição para que esta dissertação fosse levada a bom porto. A todos eles deixo aqui os meus sinceros agradecimentos.

Em primeiro lugar, agradeço ao Professor Delfim Soares, não só a orientação e dedicação colocadas neste trabalho, mas também todas as recomendações, sugestões, confiança que permitiram com que este trabalho também contribuísse para o meu desenvolvimento pessoal.

Ao Professor Mário Pereira, agradeço toda a orientação técnica e dedicação em algumas etapas fulcrais para a conclusão com sucesso deste trabalho.

À Dragão Abrasivos por ter disponibilizado todas as informações e materiais necessários para a realização deste trabalho.

A todo o pessoal não-docente do Departamento de Engenharia Mecânica pela enorme prestabilidade e disponibilidade mostradas.

Aos meus amigos por me terem dado confiança e estímulo, fazendo-me acreditar que chegaria ao fim com sucesso.

Por fim, gostaria de agradecer aos meus pais e à minha namorada, pela confiança e apoio incondicional. Agradeço em especial à minha namorada, pela grande amizade, paciência e compreensão durante este ano.

Resumo

A Dragão Abrasivos é uma empresa de produção de componentes abrasivos. Destes componentes destacam-se as mós abrasivas. São componentes utilizados na retificação de peças metálicas, perfurações e outras aplicações importantes na indústria moderna.

Grande parte das mós abrasivas tem na sua composição a Alumina (Al_2O_3), o Carboneto de Silício (SiC), entre outros. Podem apresentar várias geometrias e vários tamanhos conforme a sua aplicação industrial.

Devido a estes parâmetros (materiais, geometria e tamanho), na produção das mós abrasivas é necessário definir as variáveis de processamento. Se forem utilizadas condições de processamento inadequadas o comportamento mecânico da mó pode ser afetado. Por isso relacionar o processamento de mós abrasivas com o seu material, com a sua geometria e com o seu tamanho é essencial para garantir uma performance ideal nestes componentes.

O processamento destes componentes é dividido em 4 etapas: (1) mistura, (2) conformação dos pós constituintes da mó abrasiva, (3) secagem e (4) sinterização. A passagem por estes 4 passos é essencial para obter produtos de qualidade e que cumpram os requisitos necessários para venda.

O trabalho realizado em colaboração com a Dragão Abrasivos está focalizado nas 3 primeiras etapas de processamento de mós abrasivas diga-se, mistura, conformação e secagem. E tem como objetivo compreender e otimizar as condições do processamento de secagem, alterar a composição da mistura e modificar as condições de prensagem durante a etapa de conformação das mós abrasivas utilizadas na Dragão Abrasivos.

Os resultados mostram que para mós abrasivas de menor dimensão, até 60 mm de diâmetro é possível reduzir substancialmente a fase de aquecimento (de 240 minutos para 120 minutos) atualmente usado sem afetar as suas propriedades mecânicas.

Foi verificado que pode ser reduzida a percentagem de ligante usado sem comprometer a resistência em verde do compósito. E compreendeu-se qual é a influência da pressão de compressão na qualidade de secagem.

É importante referir que foi possível relacionar o teor de humidade presente numa peça com o seu tamanho (até \varnothing 60 mm) podendo assim prever a quantidade de humidade presente em mós abrasivas para determinado ciclo térmico de secagem utilizado.

Abstract

The “Dragão Abrasivos” is a production company of abrasive components. These components stand out abrasive wheels. Components are used in the grinding of metal parts, piercings and other important applications in modern industry.

Much of the abrasive wheels have constituted Alumina (Al_2O_3), silicon carbide (SiC), among others. May have several different sizes and geometries varying according to their industrial application.

Due to these parameters (materials, geometry and size) the processing of abrasive wheels must be set for each variable. If inadequate processing are used the mechanical behavior can be affected. So relate the processing of abrasive grinding wheels with your material, its geometry and its size is essential to ensure optimal performance in these components.

The processing of these components is divided into four steps: (1) mixing (2) forming the constituent powders of the grinding wheel (3) drying and (4) sintering. Passing through the 4 steps is essential for product quality and meet the requirements for sale.

The work done in collaboration with the Dragon Abrasives is focused on the first 3 steps of processing abrasive wheels incidentally, mixing, forming and drying. And aims to understand and optimize the processing conditions of drying, change the composition of the mixture and modify the pressing conditions during the stage of forming the abrasive wheels used in “Dragão Abrasivos”.

The results show that abrasive wheels to smaller , 60 mm in diameter it is possible to substantially reduce the heating phase (240 minutes to 120 minutes) currently used without affecting its mechanical properties.

It was found that can be reduced the binder content used without compromising the green strength of the composite. And if you understood what is the influence of compression pressure on the drying quality.

It is important to note that it was possible to relate the content of moisture present in one piece with its size (up \varnothing 60 mm) and thus can predict the amount of moisture present in abrasive grinding wheels for certain thermal drying cycle used .

Símbolos e Abreviaturas

MEV- Microscópio Eletrónico de Varrimento

FTIR- Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier

EDS- Espectroscopia de Dispersão de energias

TGA- Análise Termogravimétrica

IV- Infravermelho

Índice

Agradecimentos	i
Resumo	ii
Abstract	iii
Símbolos e Abreviaturas	iv
Índice de Figuras.....	vii
Índice de Tabelas	xii
Capítulo 1- Estado da Arte	14
1.1- Materiais cerâmicos	14
1.2- Materiais abrasivos	15
1.3- Ferramentas abrasivas.....	16
1.4- Processamento de componentes abrasivos	19
1.4.1- Mistura	19
1.4.2- Prensagem.....	22
1.4.3- Secagem.....	25
1.4.4- Sinterização.....	31
Capítulo 2- Materiais e Procedimentos Experimentais	33
2.1- Materiais utilizados.....	33
2.2- Conformação de provetes	34
2.3- Ciclo térmico de secagem.....	39
2.4- Preparação de amostras.....	42
2.5- Caracterização química e estrutural	45
2.5.1- Microscopia Eletrônica de Varrimento e Espectroscopia de Raios-X.....	45
2.5.2- Espectroscopia de Infravermelhos (FTIR).....	47
2.6- Caracterização mecânica	48
Capítulo 3- Apresentação e Discussão de Resultados	50

3.1- Evolução da secagem do centro até à periferia da amostra em provetes com 60 mm de diâmetro	50
3.2- Evolução da secagem do centro até à periferia da amostra: provetes com Ø 100 mm vs. Ø 60 mm	57
3.3- Influência da pressão de compressão aplicada na etapa de conformação dos provetes no processo de secagem	61
3.4- Influência da velocidade de aquecimento na qualidade da secagem em provetes com 60 mm de diâmetro	66
3.5- Evolução da secagem em provetes com altura variável e com 60 mm de diâmetro	69
3.6- Modelação de resultados para provetes com 60 mm de diâmetro	72
3.6.1- Modelação dos resultados obtidos em provetes com 60 mm de diâmetro sujeitos a uma pressão de 17,68 N/mm ²	72
3.6.2- Aplicação do modelo desenvolvido em provetes com ø 60 mm provetes com ø 100 mm	77
3.6.3- Modelação dos resultados obtidos em provetes com 60 mm de diâmetro sujeitos a uma tensão de 10,61 N/mm ² e 26,76 N/mm ²	82
3.7- Caracterização química e estrutural	88
3.7.1- Microscopia Eletrónica de Varrimento	88
3.7.2- Espectroscopia de infravermelho	93
3.8- Determinação da resistência mecânica à compressão	101
3.8.1- Evolução da tensão da compressão ao longo do ciclo térmico de secagem ..	101
3.8.2- Influência da alteração composição da mistura na tensão de compressão	104
Capítulo 4- Conclusões	107
4.1- Conclusão do trabalho	107
4.2- Trabalhos futuros	108
Capítulo 5- Referências	109
5.1- Referências de imagens	109
5.2- Referências bibliográficas	109
Anexos	111

Índice de Figuras

Figura 1- Exemplo de algumas ferramentas de retificação [1].....	15
Figura 2- Abrasivos rígidos e abrasivos flexíveis [2].....	16
Figura 3- Exemplo de mós abrasivas [3].....	17
Figura 4-Estrutura de elevada dureza e estrutura macia [4].	18
Figura 5- Estrutura com pouca porosidade aberta e muita porosidade aberta [4].	19
Figura 6- Propriedades físicas de alguns solventes (a 20°C) [5].	20
Figura 7- Exemplos de alguns ligantes utilizados e as respetivas fórmulas químicas [5]...	21
Figura 8- Exemplo de alguns plasticizadores mais utilizados na indústria cerâmica [5]. ...	22
Figura 9- Exemplo das várias etapas da prensagem [6].	23
Figura 10- Prensagem uniaxial de direção dupla [6].....	24
Figura 11- Aparecimento de fissuras durante a etapa de prensagem de uma peça. [6].....	25
Figura 12- Representação da camada estacionária.	27
Figura 13- Variação do rendimento da secagem em função do tempo [7].....	28
Figura 14- Exemplo de um gráfico de Bigot [6].	29
Figura 15- Disposição espacial no estágio a) inicial, b) intermedio e c) final [8].....	32
Figura 16-Matriz utilizada na conformação dos provetes. a) Punção. b) Conjunto de corpo central e peça inferior.	35
Figura 17- Geometria do punção utilizado na conformação dos provetes.	35
Figura 18- Geometria do corpo central da matriz utilizada na conformação dos provetes.	36
Figura 19- Geometria da peça inferior da matriz utilizada na conformação dos provetes. .	37
Figura 20- Modelo da prensa utilizada para a produção de provetes.	38
Figura 21- Exemplo de provete produzido.	38
Figura 22Ciclo térmico de secagem utilizado na empresa.	40
Figura 23- Ciclo térmico de secagem utilizado neste trabalho.....	40
Figura 24- Análise termogravimétrica realizada numa amostra do compósito.	42
Figura 25- Exemplo da parte central retirada de um provete em estudo.	43
Figura 26- Exemplo de amostras obtidas após o corte central do provete.	43
Figura 27- Esquema que exemplifica a distância do centro das amostras para a periferia do provete.	44
Figura 28- Esquema de funcionamento do MEV [9].	46
Figura 29- Provette utilizado para ensaios de compressão no equipamento (1).....	49

Figura 30- Provetes produzidos para ensaios de compressão para o equipamento (2).	49
Figura 31- Evolução do teor de humidade na peça, em função da distância à periferia, para a Etapa 1 do ciclo térmico de secagem (demora 120 minutos a chegar a 45°C).	51
Figura 32- Evolução do teor de humidade na peça, em função da distância à periferia, para a Etapa 3 do ciclo térmico de secagem (demora 240 minutos a chegar a 75°C).	53
Figura 33- Evolução da % de humidade ao longo do ciclo térmico de secagem em provetes de 60 mm sujeitos a uma tensão de 17,68 N/mm ²	55
Figura 34- Variação da massa, diâmetro e altura dos provetes com 60 mm de diâmetro ao longo das várias Etapas do ciclo térmico de secagem.	56
Figura 35- Comparação entre a % de humidade dos provetes de 60 mm e 100 mm no início do ciclo térmico de secagem (demora 120 minutos a atingir 45°C).	58
Figura 36- Comparação entre a % de humidade dos provetes de 60 mm e 100 mm na Etapa imediatamente antes do estágio isotérmico (demora 240 minutos a atingir 75°C).	58
Figura 37- Comparação entre a % de humidade dos provetes de 60 mm e 100 mm para uma secagem de 315 minutos com provetes a atingir 80°C	59
Figura 38- Evolução da % de humidade do centro para a periferia dos provetes ao longo do ciclo térmico de secagem em provetes de 100 mm.	60
Figura 39- Comparação da % de humidade em provetes demoram 120 minutos a atingir 45°C (Etapa 1) quando sujeitos a diferentes pressões na conformação.	61
Figura 40- Comparação da % de humidade em provetes demoram 180 minutos a atingir 60°C (Etapa 2) quando sujeitos a diferentes pressões na conformação.	62
Figura 41- Comparação da % de humidade em provetes demoram 240 minutos a atingir 75°C (Etapa 3) quando sujeitos a diferentes pressões na conformação.	62
Figura 42- Comparação da % de humidade em provetes no início do estágio isotérmico, (315 minutos e saí a 80°C) Etapa 4, quando sujeitos a diferentes tensões de compressão..	63
Figura 43- Comparação da % de humidade em provetes no início do estágio isotérmico, (1260 minutos e saí a 80°C) Etapa 5, quando sujeitos a diferentes tensões de compressão.	64
Figura 44- Perda de massa global ao longo do ciclo térmico de secagem para provetes de 60 mm sujeitos às diferentes tensões aplicadas.	65
Figura 45- Comparação dos valores da % de humidade quando os provetes estão sujeitos a variações da velocidade de aquecimento até aos 80°C.	67
Figura 46- Comparação dos valores obtidos para a % de humidade em provetes colocados na estufa diretamente a 110°C e a 130°C.	69

Figura 47- Provetes conformados com 62 mm de diâmetro e a) 10 mm, b) 20 mm, c) 30 mm e d) 50 mm de altura.....	70
Figura 48- Variação da % de humidade com a altura do provete ao longo do ciclo térmico de secagem.....	71
Figura 49- Valor do R-quadrado na Etapa 1 do ciclo térmico de secagem.	72
Figura 50- Comparação entre os valores da % de humidade obtida experimentalmente com os valores obtidos pelo modelo desenvolvido na Etapa 1 do ciclo térmico.	74
Figura 51- Comparação entre os valores da % de humidade obtida experimentalmente com os valores obtidos pelo modelo desenvolvido na Etapa 2 do ciclo térmico.	74
Figura 52-- Comparação entre os valores da % de humidade obtida experimentalmente com os valores obtidos pelo modelo desenvolvido na Etapa 3 do ciclo térmico.	75
Figura 53- Comparação entre os valores da % de humidade obtida experimentalmente com os valores obtidos pelo modelo desenvolvido na Etapa 4 do ciclo térmico.	76
Figura 54-- Comparação entre os valores da % de humidade obtida experimentalmente com os valores obtidos pelo modelo desenvolvido na Etapa 5 do ciclo térmico.	76
Figura 55- Comparação entre os valores da % de humidade obtida experimentalmente com os valores obtidos pelo modelo desenvolvido na Etapa A do ciclo térmico.	78
Figura 56- Comparação entre os valores da % de humidade obtida experimentalmente com os valores obtidos pelo modelo desenvolvido na Etapa B do ciclo térmico.....	78
Figura 57- Comparação entre os valores da % de humidade obtida experimentalmente com os valores obtidos pelo modelo desenvolvido na Etapa C do ciclo térmico.....	79
Figura 58- Comparação entre os valores da % de humidade obtida experimentalmente com os valores obtidos pelo modelo desenvolvido na Etapa D do ciclo térmico.	80
Figura 59- Comparação entre os valores da % de humidade obtida experimentalmente com os valores obtidos pelo modelo desenvolvido na Etapa E do ciclo térmico.....	80
Figura 60- Comparação entre os valores da % de humidade obtida experimentalmente com os valores obtidos pelo modelo desenvolvido na Etapa F do ciclo térmico.	81
Figura 61- Comparação entre os valores da % de humidade obtida experimentalmente com os valores obtidos pelo modelo desenvolvido na Etapa G do ciclo térmico.	81
Figura 62- Comparação da % de humidade teórica e experimental em provetes com 60 mm de diâmetro sujeitos a uma tensão de 10,61 N/mm ² na Etapa 1.....	82
Figura 63- Comparação da % de humidade teórica e experimental em provetes com 60 mm de diâmetro sujeitos a uma tensão de 10,61 N/mm ² na Etapa 2.....	83

Figura 64- Comparação da % de humidade teórica e experimental em provetes com 60 mm de diâmetro sujeitos a uma tensão de 10,61 N/mm ² na Etapa 3.....	83
Figura 65- Comparação da % de humidade teórica e experimental em provetes com 60 mm de diâmetro sujeitos a uma tensão de 10,61 N/mm ² na Etapa 4.....	84
Figura 66-- Comparação da % de humidade teórica e experimental em provetes com 60 mm de diâmetro sujeitos a uma tensão de 10,61 N/mm ² na Etapa 5.....	84
Figura 67- Comparação da % de humidade teórica e experimental em provetes com 60 mm de diâmetro sujeitos a uma tensão de 26,76 N/mm ² na Etapa 1.....	85
Figura 68-- Comparação da % de humidade teórica e experimental em provetes com 60 mm de diâmetro sujeitos a uma tensão de 26,76 N/mm ² na Etapa 2.	86
Figura 69- Comparação da % de humidade teórica e experimental em provetes com 60 mm de diâmetro sujeitos a uma tensão de 26,76 N/mm ² na Etapa 3.	86
Figura 70- Comparação da % de humidade teórica e experimental em provetes com 60 mm de diâmetro sujeitos a uma tensão de 26,76 N/mm ² na Etapa 4.	87
Figura 71- Comparação da % de humidade teórica e experimental em provetes com 60 mm de diâmetro sujeitos a uma tensão de 26,76 N/mm ² na Etapa 5.	87
Figura 72-- a) Dextrina + Ureia; b) Dextrina + Álcool e c) Ureia + Álcool.	88
Figura 73- Microestrutura do compósito com ampliações diferentes. a)500 X e b) 2500 X.	90
Figura 74- Zonas analisadas por EDS. Imagem a) zona 1 e zona 2; imagem b) zona 3.	90
Figura 75- Fórmula estrutural da Dextrina [10].....	91
Figura 76- Fórmula estrutural da Ureia [11].	91
Figura 77- Morfologia da mistura dos aditivos a) Dextrina + Álcool; b) Dextrina + Ureia; c) Ureia + Álcool.....	92
Figura 78- Espectro obtido para a análise da Dextrina.....	94
Figura 79-Espectro obtido para a análise da Ureia.....	95
Figura 80-Espectro obtido para a análise da mistura de Ureia com Álcool e Dextrina.	96
Figura 81-Comparação entre os espectros obtidos na análise da mistura do B27 e Dextrina e análise da Dextrina.....	97
Figura 82-Espectro obtido para a análise do compósito na Etapa E.	98
Figura 83- Espectro obtido para a análise da Dextrina, análise da Ureia e da mistura de Ureia com Álcool e Dextrina.....	99
Figura 84- Espectro obtido para a análise do compósito na Etapa E e da mistura Dextrina, Ureia e Álcool.....	100

Figura 85- Resultado obtido no ensaio de compressão da amostra 2 na Etapa 4 do ciclo térmico de secagem.	101
Figura 86- Comparação da tensão de compressão ao longo do ciclo térmico de secagem e quando o provete é sujeito a um choque térmico a 110°C.....	103
Figura 87- Valores da tensão de compressão para provetes com diferentes composições de aditivos.	105

Índice de Tabelas

Tabela 1- Materiais utilizados para a produção de provetes.	33
Tabela 2- Ficha técnica do Álcool (dados do fornecedor).....	34
Tabela 3- Ficha técnica da Dextrina (dados do fornecedor).....	34
Tabela 4- Ficha técnica da Ureia (dados do fornecedor).....	34
Tabela 5- Tensão aplicada nos provetes quando sujeitos a uma pressão na etapa de conformação.	38
Tabela 6- Variação da geometria com diferentes níveis pressão.....	39
Tabela 7- Etapas consideradas para o estudo da perda de humidade durante o ciclo térmico da secagem.....	41
Tabela 8- Valores da temperatura e tempo correspondentes às várias etapas do ciclo térmico de secagem.	50
Tabela 9- Valores obtidos da % de humidade em provetes sujeitos a um ciclo térmico de secagem na Etapa 1.....	51
Tabela 10- Variação geométrica e de massa no provete na Etapa 1 do ciclo térmico de secagem.	52
Tabela 11- Valores da % de humidade na Etapa 3 do ciclo térmico de secagem.	53
Tabela 12-- Variação geométrica e de massa no provete na Etapa 3 do ciclo térmico de secagem em provetes de 60 mm.	54
Tabela 13- Valores da temperatura e tempo correspondentes às várias etapas do ciclo térmico de secagem.	54
Tabela 14- Variação (%) do diâmetro, da altura e da massa ao longo do ciclo térmico de secagem em provetes de 60 mm.	56
Tabela 15- Valores da temperatura e tempo correspondentes às várias etapas do ciclo térmico de secagem em provetes de 100 mm.	57
Tabela 16- Valores da temperatura e tempo correspondentes às várias etapas do ciclo térmico de secagem em provetes de 60 mm.	61
Tabela 17- Variação (%) o diâmetro, altura e massa ao longo do ciclo térmico de secagem em provetes de 60 mm prensados a 26,76 N/mm ²	64
Tabela 18- Variação (%) o diâmetro, altura e massa ao longo do ciclo térmico de secagem em provetes de 60 mm prensados a 17,68 N/mm ²	64
Tabela 19- Variação (%) o diâmetro, altura e massa ao longo do ciclo térmico de secagem em provetes de 60 mm prensados a 10,61 N/mm ²	65

Tabela 20- Resultados de % de humidade obtidos para velocidade de aquecimento de 0,25°C/min na Etapa 3 do ciclo térmico de secagem.	66
Tabela 21- Resultados de % de humidade obtidos para velocidade de aquecimento de 0,5°C/min na Etapa 3 do ciclo térmico de secagem.....	67
Tabela 22- Resultados de % de humidade obtidos para velocidade de aquecimento de 1°C/min na Etapa 3 do ciclo térmico de secagem.....	67
Tabela 23- Valores da temperatura e tempo correspondentes às várias etapas do ciclo térmico de secagem em provetes de 60 mm.....	70
Tabela 24- % de humidade obtida ao longo do ciclo térmico de secagem para provetes com diferentes geometrias.....	70
Tabela 25- Valores obtidos do R-quadrado nas diversas Etapas do ciclo térmico de secagem.	73
Tabela 26- Percentagem de humidade obtida quando aplicado o modelo mencionado (% humidade-M) na Etapa 1 do ciclo térmico de secagem.....	74
Tabela 27- Percentagem de humidade obtida quando aplicado o modelo mencionado (% humidade-M) na Etapa A do ciclo térmico de secagem.....	77
Tabela 28- Elementos presentes (% em peso) na composição do B27.	89
Tabela 29- Composição química (% em peso) da zona 1.....	91
Tabela 30- Composição química (% em peso) da zona 2.....	91
Tabela 31- Composição química (% em peso) da zona 3.....	91
Tabela 32- Análise EDS (qualitativa) realizada as misturas dos aditivos.	92
Tabela 33- Picos de vibração da Dextrina.	94
Tabela 34-- Picos de vibração da Ureia.....	95
Tabela 35-Picos de vibração da mistura da Dextrina, Ureia e Álcool.....	97
Tabela 36- Picos de vibração do compósito na Etapa E.....	98
Tabela 37- Resultados obtidos na Etapa 3 do ciclo térmico de secagem.	102
Tabela 38- Resultados obtidos no Ponto 4 do ciclo térmico de secagem.....	102
Tabela 39- Resultados obtidos no Ponto 5 do ciclo térmico de secagem.....	102
Tabela 40- Resultados obtidos em amostras diretamente a 110°C.....	102
Tabela 41- Valor da tensão de compressão para amostras com menos 50% de aditivos. .	104
Tabela 42- Valor da tensão de compressão para amostras com menos 20% de aditivos. .	105
Tabela 43-- Valor da tensão de compressão para amostras com menos 10% de aditivos.	105
Tabela 44-- Valor da tensão de compressão para amostras com composição inicial.....	105

Capítulo 1- Estado da Arte

Sendo este trabalho baseado em componentes abrasivos, neste capítulo serão abordadas informações teóricas sobre materiais cerâmicos na sua globalidade, materiais abrasivos e o processo de obtenção destes componentes. Será também abordada a teoria sobre ensaios realizados mais propriamente: MEV, FTIR e ensaios mecânicos de compressão.

1.1- Materiais cerâmicos

A indústria cerâmica abrange uma enorme gama de materiais. Numa abordagem mais simples estes podem ser divididos em duas partes: cerâmicos tradicionais e cerâmicos avançados.

Os cerâmicos tradicionais foram sendo desenvolvidos à medida que a civilização avançava. Estes cerâmicos incluem os reservatórios para comida, produtos estruturais feitos em argila, produtos refratários baseados em argila, cimentos e vidros.

Os cerâmicos avançados podem ser aplicados em situações mais específicas, como por exemplo, em aplicações elétricas, magnéticas, eletrônicas, óticas, aplicações estruturais (cerâmicos resistentes a elevadas temperaturas) e fabrico de componentes abrasivos. Contudo, a interação entre cerâmicos tradicionais e cerâmicos avançados promove um enorme ganho.

Quimicamente, com a exceção do carbono, os cerâmicos pertencem ao grupo de não-metálicos. Exemplo disso são os silicatos como a caulinite e a mulite ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$), óxidos simples como a Alumina (Al_2O_3) e Zircónia (ZrO_2), óxidos complexos como o Titanato de Bário (BaTiO_3) e materiais supercondutores. Existem também não-óxidos que inclui os carbonetos, como o Carboneto de Silício (SiC) e Carboneto de Boro (B_4C), e nitretos, como o Nitreto de silício (Si_3N_4) e o nitreto de boro (BN).

A estrutura dos cerâmicos é considerada cristalina ou amorfa. Devido à dificuldade que os cristais têm em crescer, os cerâmicos cristalinos são considerados como policristalinos estes são constituídos por um elevado número de pequenos cristais, ou grãos, separados uns dos outros por fronteiras de grãos. Como a estrutura vai influenciar as propriedades que cada cerâmico tem, é importante conhecê-la. Sendo assim, distinguir o tipo de ligação entre as partículas, a estrutura cristalina (ou amorfa),

a distribuição de grão, a natureza do grão, porosidade, entre outras, consegue produzir ou melhorar componentes cerâmicos para situações específicas [1].

1.2- Materiais abrasivos

O uso de ferramentas de retificação eficientes é, hoje em dia, um dos fatores mais importantes na indústria atual. Com uma elevada funcionalidade e rentabilidade das ferramentas permite fazer baixar o custo de produção dos produtos tornando as empresas mais competitivas [2].

O desenvolvimento de ferramentas de retificação devem ser acompanhadas por uma melhora contínua das propriedades dos produtos abrasivos.



Figura 1- Exemplo de algumas ferramentas de retificação [1].

São denominados abrasivos, grãos com arestas vivas, extremamente duros, destinados a produzir desgaste das peças de trabalho por meio de atrito. É importante que se utilize toda a superfície para que, após um determinado tempo de utilização, o abrasivo não se deforme e adquira uma face de contato ondulado [3].

Existem abrasivos rígidos e abrasivos flexíveis. Os abrasivos rígidos são constituídos por grãos duros (Al_2O_3 , SiC , etc.) ligados por uma matriz resinoide, metálica ou vítrea. Os abrasivos flexíveis são grão abrasivos ligados a uma matriz flexível. As lixas são dos abrasivos flexíveis mais comuns. Este trabalho tem como base o estudo de abrasivos rígidos.



Figura 2- Abrasivos rígidos e abrasivos flexíveis [2].

As ferramentas de abrasivos mais utilizados são as mós. Esta ferramenta abrasiva é utilizada como ferramenta de corte que trabalha girando a grandes velocidades, tem uma forma cilíndrica ou em disco, possuindo determinadas espessuras e tem um furo central para se adaptar á máquina [4].

Os materiais abrasivos convencionais mais utilizados são os abrasivos aluminosos (óxido de alumínio, Al_2O_3) e os abrasivos siliciosos (carboneto de silício, SiC).

O óxido de alumínio (Al_2O_3) é classificado, conforme o seu grão de pureza, pode ser normal, semi-nobre e nobre. O normal e o semi-nobre são fundidos a partir de bauxita calcinada, o nobre é fundido a partir de Alumina pura em forno de arco elétrico a aproximadamente 2.000 °C.

A tenacidade dos óxidos de alumínio é influenciada por diversos fundentes e métodos de arrefecimento definidos.

Os abrasivos siliciosos são constituídos por carboneto de silício, feitos em fornos elétricos. São recomendados para metais de fraca resistência à tração (ferro fundido, latão, cobre, alumínio, etc.) [2].

1.3- Ferramentas abrasivas

Desde há muito tempo, as ferramentas de corte são usadas para remover excesso de material.

Hoje em dia, o processo de cortar metal é um dos principais processos de produção para operações de acabamento. O custo destas operações depende de vários fatores. O fator mais crítico é o tempo de vida da ferramenta de corte, seguindo-se o tempo de inatividade da ferramenta. A baixa velocidade de corte e uma baixa

penetração reduz a produtividade. Mas, quando aplicados em excesso pode provocar falhas catastróficas que leva a tempos de inatividade grandes provocando enormes perdas na produtividade da empresa.

Com o passar dos anos vários estudos foram feitos, e a maior parte desses estudos, estavam focalizados em materiais como a Alumina (Al_2O_3) e o carboneto de silício (SiC). Estes materiais permitem ser aplicados em funções em que o fator temperatura é determinante, com estes estudos as mós abrasivas foram aperfeiçoadas tal como se conhecem nos dias de hoje.

As mós abrasivas são das ferramentas mais utilizadas na indústria de acabamentos de superfícies. São constituídas por grãos abrasivos que vão provocar desgaste nas peças e por materiais aglomerantes que permitem que a ferramenta seja rígida e que os grãos não se descolem da matriz. É uma ferramenta universal que abrange um enorme campo de aplicações, sendo utilizada em máquinas para operações de corte e afinação, permitindo acabamentos e tolerâncias dimensionais e rugosidades pré-estabelecidas, ou simplesmente eliminando excessos de material em peças.



Figura 3- Exemplo de mós abrasivas [3].

O princípio de funcionamento das mós consiste em causar desgaste pela penetração á superfície dos grãos abrasivos provocando a remoção de partículas do material.

Estas ferramentas abrasivas são consideradas auto-afiáveis. À medida que se processa a operação de desgaste, os grãos abrasivos perdem o poder de corte, exigindo uma pressão maior na área de contato da peça com a mó, gerando-se uma força que provoca fratura e arranca as partículas gastas expondo continuamente novas arestas de corte.

Como foi dito anteriormente, as mós são discos abrasivos com geometrias diferenciadas. São constituídas por uma quantidade elevada de grãos abrasivos. Cada grão tem a função de cortar, promovendo assim, no seu conjunto, uma ferramenta de corte ideal para peças mais duras de cortar (por exemplo peças metálicas).

Os três componentes mais importantes das mós são:

- **Matriz ligante:** tem a função de manter os grãos abrasivos fixados na mó mas quando os grãos perdem o poder de corte estes têm que se libertar dando lugar a novos grãos expondo um nova superfície cortante. Ou seja, o aglomerante tem que ter uma capacidade de fixação do grão na mó e uma capacidade de libertar o grão quando este já não é eficaz.
- **Dureza:** é o valor da resistência com que a matriz ligante confere ao grão abrasivo, figura 4. Quando a ferramenta está sujeita a tensões, estas, tendem a arrancar os grãos abrasivos fixados na mó. Como foi dito anteriormente, isto pode ser benéfico quando os grãos perdem o seu poder de corte. Quando a quantidade do aglomerante é aumentada, a força das ligações aumenta, permitindo uma maior fixação dos grãos abrasivos e conferindo uma maior dureza à mó.

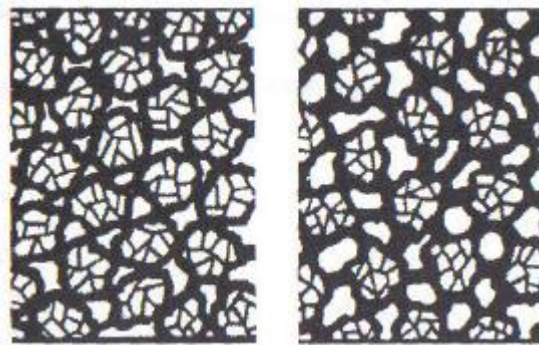


Figura 4-Estrutura de elevada dureza e estrutura macia [4].

- **Estrutura:** é a relação entre os grãos abrasivos, aglomerante e os poros vazios existentes em todo o corpo da mó, figura 5. Esta relação pode ser modificada adicionando à mistura outros materiais que posteriormente são removidos durante o processo de sinterização. A porosidade é muito importante porque permite a passagem das aparas durante o processo de maquinagem. As aparas podem alojar-se nos poros vazios da ferramenta evitando que durante o processo de maquinagem a peça se danifique devido ao excesso de aparas de corte. A porosidade permite também a passagem do lubrificante evitando um aquecimento da ferramenta e da peça promovendo um maior tempo de vida da ferramenta [5].



Figura 5- Estrutura com pouca porosidade aberta e muita porosidade aberta [4].

A obtenção das mós abrasivas com as características ideais para uma performance completa só é possível conhecendo as várias etapas do processamento. A mistura, a prensagem, a secagem e a sinterização são as várias etapas de processamento a que os componentes são sujeitos para obter as propriedades finais.

1.4- Processamento de componentes abrasivos

Neste subcapítulo são abordadas as várias etapas de processamento. Sem o conhecimento prévio destas etapas não será possível determinar formas de conseguir melhorar a performance dos componentes abrasivos existentes.

1.4.1- Mistura

Considera-se que uma mistura é um contacto íntimo e homogéneo entre os diferentes pós e líquidos [6]. Esta tem como objetivo adequar a mistura para a etapa da prensagem para que esta se desenvolva de forma adequada sem que ocorram defeitos. Para isto a pasta resultante da mistura deve ter elevada fluidez para que o preenchimento das cavidades do molde seja completo.

A pasta deve escoar rapidamente e preencher o molde de forma uniforme em toda a sua geometria. A mistura deve ser o mais homogénea possível, no entanto esta etapa é complicada devido a que nenhuma mistura é completamente homogénea porque o tamanho das partículas é finito [7].

Para assegurar que as propriedades finais, de um corpo cerâmico, cumpram os requisitos necessários devem-se adicionar alguns aditivos durante esta etapa de conformação. Estes aditivos são adicionados em percentagens muito baixas quando comparado com o peso total dos pós cerâmicos. Os aditivos podem ser orgânicos ou

inorgânicos na sua composição. Os aditivos orgânicos podem ter origem sintética ou natural e através de um tratamento térmico que são facilmente removidos da composição do corpo cerâmico, tornando estes aditivos ideais como estabilizadores dimensionais durante o processamento do corpo cerâmico. Os aditivos inorgânicos geralmente não podem ser removidos depois da etapa de conformação. São usados geralmente em cerâmica tradicional onde a sua composição no corpo cerâmico não altera significativamente as propriedades dos produtos finais.

Os aditivos podem ser divididos em várias categorias: (1) solventes, (2) dispersantes (ou desfloculantes), (3) ligantes e (4) plasticizadores. Neste trabalho, durante a etapa de conformação, são utilizados vários tipos de aditivos. Desta forma especificar o funcionamento de cada um torna-se relevante para uma melhor compreensão das várias etapas do processamento de ferramentas abrasivas.

- 1- Solventes: estes aditivos incidem basicamente sobre água ou um solvente orgânico, figura 6. Os solventes orgânicos possuem uma elevada pressão de vapor, baixo ponto de fusão e baixa tensão superficial. A escolha dos solventes a utilizar incide sobretudo na aplicação final do produto. No entanto parâmetros como a viscosidade, possibilidade de dissolver outros aditivos, taxa de evaporação, reação com os pós cerâmicos e custo, fazem com que a escolha dos solventes não seja fácil.

Liquid	Density (g/cm ³)	Dielectric constant	Surface tension (10 ⁻³ N/m)	Viscosity (10 ⁻³ Pas)	Latent heat of vaporization (kJ/g)	Boiling point (°C)	Flash point (°C)
Water	1.0	80	73	1.0	2.26	100.0	None
Methanol	0.789	33	23	0.6	1.10	64.6	18
Ethanol	0.789	24	23	1.2	0.86	78.4	20
Isopropanol	0.785	18	22	2.4	0.58	82.3	21
Acetone	0.781	21	25	0.3	0.55	56.0	-17
Methyl ethyl ketone	0.805	18	25	0.4	0.44	80	-1
Toluene	0.867	2.4	29	0.6	0.35	111	3
Xylene (ortho)	0.881	2	28	0.7	0.33	140	32
Trichloroethylene	1.456	3	25	0.4	0.24	87	None
n-Hexane	0.659	1.9	18	0.3	0.35	68.7	-23
Cyclohexanone	0.947	18	35	0.8	0.43	155	46
Mineral spirits	0.752					179-210	57

Figura 6- Propriedades físicas de alguns solventes (a 20°C) [5].

- 2- Dispersantes (ou desfloculantes): estes aditivos têm como função estabilizar uma suspensão de forma a não criar agregados e/ou aglomerados aumentando a repulsão entre as partículas. Os dispersantes podem ser divididos em três classes. Estes podem ser iões ou moléculas simples (como o silicato de sódio), cadeias poliméricas curtas com um grupo funcional

(como o poliisobutileno, usado para dispersar partículas de carbono) e polímeros de baixo/medio peso molecular (como o polivinil Álcool) [8].

- 3- Ligantes: são tipicamente polímeros de cadeias longas (figura 7) que tem como função principal promover resistência ao corpo cerâmico antes da sinterização, esta resistência é adquirida através da formação de pontes de hidrogénio entre as partículas. Este aditivo pode ser removido por completo através da realização de uma pirolise. A temperatura de transição vítrea dos ligantes deve ser relativamente baixa para que o ligante tenha uma determinada deformação durante a etapa de conformação do corpo cerâmico. Como o dispersante tem como objetivo melhorar o processo de formação do corpo cerâmico, os ligantes devem ser compatíveis com os dispersantes. Desta forma o ligante não deve interferir com a superfície das partículas, fazendo com que a moléculas do ligante tenham uma polaridade muito inferior que as moléculas do dispersante. Dos ligantes mais utilizados proveem de derivados de celulose, logo grande parte destes é solúvel em água. A figura 7 demonstra alguns tipos de ligantes utilizados na indústria [9].

Binder	R Group
Soluble in water	
Methylcellulose	$-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_3$
Hydroxypropylmethylcellulose	$-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\underset{\text{OH}}{\text{CH}}-\text{CH}_3$
Hydroxyethylcellulose	$-\text{CH}_2-\text{O}-\text{C}_2\text{H}_4-\text{O}-\text{C}_2\text{H}_4-\text{OH}$ $-\text{CH}_2-\text{O}-\text{C}_2\text{H}_4-\text{OH}$
Sodium carboxymethylcellulose	$-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\overset{\text{O}}{\underset{\text{ONa}}{\text{C}}}$
Starches and dextrans	$-\text{CH}_2-\text{OH}$
Sodium alginate	$-\overset{\text{O}}{\underset{\text{ONa}}{\text{C}}}$
Ammonium alginate	$-\overset{\text{O}}{\underset{\text{ONH}_2}{\text{C}}}$
Soluble in organic solvents	
Ethyl cellulose	$-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_3$

Figura 7- Exemplos de alguns ligantes utilizados e as respectivas fórmulas químicas [5].

- 4- Plasticizadores: geralmente estes aditivos são substâncias orgânicas de peso molecular mais baixo que os ligantes, figura 8. Têm como função amolecer o ligante, através de uma redução da temperatura de transição vítrea (do ligante), aumentando a flexibilidade do corpo cerâmico (em verde). Os plasticizadores devem ser solúveis no mesmo líquido usado para dissolver o ligante. As moléculas do plasticizador ficam entre as cadeias do ligante, interrompendo o alinhamento da cadeia e reduzindo as ligações Van der Waals das cadeias adjacentes. Desta forma os plasticizadores e os ligantes devem ser misturados até ficarem homogêneos.

A figura 8 demonstra os plasticizadores mais utilizados na indústria cerâmica [9].

Plasticizer	Melting point (°C)	Boiling point (°C)	Molecular weight
Water	0	100	18
Ethylene glycol	-13	197	62
Diethylene glycol	-8	245	106
Triethylene glycol	-7	288	150
Tetraethylene glycol	-5	327	194
Poly(ethylene glycol)	-10	>330	300
Glycerol	18	290	92
Dibutyl phthalate	-35	340	278
Dimethyl phthalate	1	284	194

Figura 8- Exemplo de alguns plasticizadores mais utilizados na indústria cerâmica [5].

Em suma, a função dos aditivos é alterar as características de plasticidade das massas, produzindo um comportamento de fluxo e propriedades adequadas para a conformação. A adição de aditivos facilita o uso da pasta cerâmica e pode melhorar o desempenho mecânico do produto final.

1.4.2- Prensagem

A prensagem é um dos procedimentos de conformação mais utilizados na indústria cerâmica atual, muito devido à sua elevada produtividade, facilidade de automação e capacidade de produzir peças de geometrias variadas.

É uma operação baseada na compactação de um pó granulado contido no interior de uma matriz rígida ou de um molde flexível onde é aplicado uma força. Esta etapa de

conformação é dividida em três fases: (A) preenchimento da cavidade do molde, (B) compactação do pó, (C) extração da peça, como descreve a figura 9 [5].

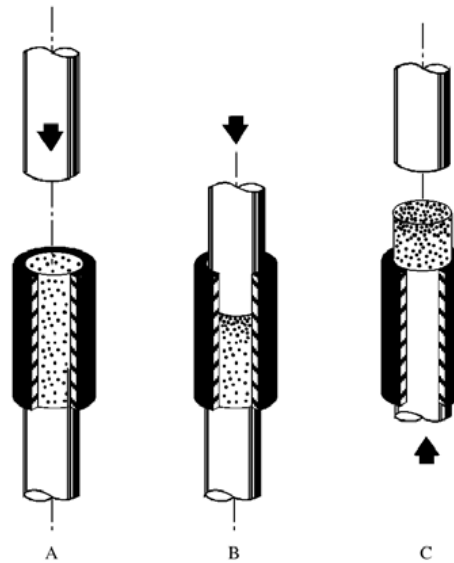


Figura 9- Exemplo das várias etapas da prensagem [6].

A prensagem uniaxial simples consiste na aplicação de uma força através de um punção superior que percorre a matriz que contém o pó aos quais este se mantém imoveis durante esta etapa. Uma vez compactada a peça, o punção superior é retirado e o deslizamento do punção inferior permite a extração da peça do molde. A prensagem uniaxial simples é frequentemente utilizada para a prensagem de peças com geometrias simples. Quando é necessária a prensagem de peças com geometrias mais complexas é indispensável que a prensagem seja feita nos dois lados realizando-se uma prensagem uniaxial de dupla ação [10].

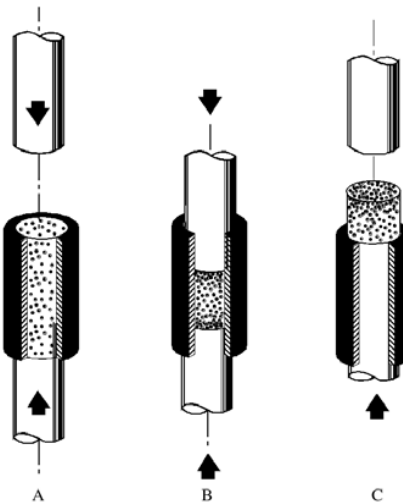


Figura 10- Prensagem uniaxial de direção dupla [6].

O atrito entre as partículas de pó e o atrito entre as partículas de pó e as paredes do molde impedem que a pressão seja uniforme em toda a peça provocando a existência de vários gradientes de densidade nos corpos conformados.

Os objetivos principais desta etapa de conformação é obter peças uniformes, de acordo com as geometrias antes idealizadas, bem como contribuir na obtenção de microestruturas adequadas às características finais desejadas.

Para que uma prensagem seja bem sucedida é necessário que os grânulos sejam suficientemente moles e deformáveis, para que durante a fase de compactação estes se deformem plasticamente facilitando o deslizamento das partículas que o compõe. Por outro lado, estes grânulos não podem ser muito frágeis, moles e deformáveis ao ponto de romperem, deformarem e aglomerarem uns com os outros durante as operações de armazenamento e transporte que antecedem a etapa de prensagem [6].

Os problemas associados à prensagem podem aparecer ao longo do processo de fabricação das peças conformadas por prensagem uniaxial devido a algumas falhas existentes neste processo.

Estas falhas podem ser:

- Grau de compacto inadequado à peça. Este defeito pode estar relacionado com a falta de controlo na preparação da mistura. A variação do teor de água na mistura modifica a capacidade de compactação da peça;
- Desgaste do molde por abrasão. Provoca uma mudança das dimensões da peça e uma textura superficial de fraca qualidade;

- Formação de fissuras. Este defeito pode ocorrer perante um desenho inadequado do molde, excesso de ar aprisionado durante a fase de compactação, fricção elevada entre a peça e as paredes do molde durante a extração;
- Falta de uniformidade de compactação no interior da peça [10].

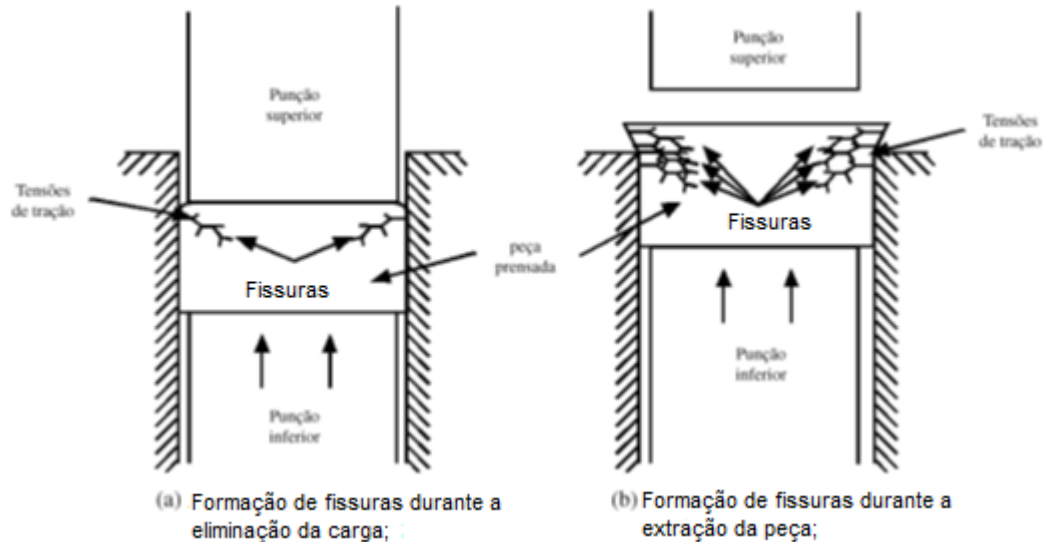


Figura 11- Aparecimento de fissuras durante a etapa de prensagem de uma peça. [6].

O tempo de prensagem não está diretamente relacionado com a qualidade de prensagem obtida na peça. Após um determinado tempo de prensagem o rearranjo dos grãos vai ser de tal forma que não adianta continuar mais a prensagem porque estes não vão compactar mais. Desta forma conhecer o tempo ideal de prensagem é essencial para um funcionamento otimizado desta etapa.

1.4.3- Secagem

A água é utilizada durante a etapa de conformação e é necessária para obter uma massa plástica, promovendo uma maior resistência mecânica e uma humidade necessária para as etapas seguintes do processamento. No entanto esta água deve ser eliminada após a etapa de conformação de forma a não provocar problemas na estabilidade nas futuras peças.

A água contida no interior do corpo cerâmico pode ser eliminada por métodos físicos (sedimentação, filtração e centrifugação), resultando num processo muito económico. Contudo, a eliminação da água por meios mecânicos não é muito eficiente. A forma mais eficiente para eliminar a água contida no interior do corpo cerâmico é

através de uma secagem térmica, onde é empregada uma corrente gasosa em que a água é eliminada sobre a forma de vapor.

Sendo assim, a secagem é um processo térmico que tem como objetivo remover a água, utilizada durante o processo de conformação, do corpo cerâmico antes de este ser sinterizado a temperaturas mais elevadas. Geralmente, a secagem para a remoção da água realiza-se a temperaturas $\leq 100^{\circ}\text{C}$ e pode demorar até 24h [7].

A remoção da água é feita através dos capilares do corpo cerâmico é uma etapa que necessita de uma energia relativamente intensa, energia sob forma de temperatura, assim o processo de secagem é uma das etapas a ter em consideração no processamento de cerâmicos.

Quando existem poros maiores a secagem é um processo mais rápido do que quando existem poros menores sendo, portanto afetada pela densidade em verde da peça.

Deve ser cuidadosamente controlada, porque durante esta etapa pode existir a formação de tensões no interior da peça originadas pela retração do composto que pode ser diferente ao longo da peça e pode levar à fissuração da mesma. É uma operação de transferência de massa de contato gás-sólido, onde a humidade contida no interior do corpo cerâmico é transferida por evaporação até à fase gasosa, com base na diferença entre a pressão de vapor exercida pelo corpo cerâmico húmido e a pressão parcial de vapor da corrente gasosa. Quando estas duas pressões se igualam o sólido e o gás estão em equilíbrio e o processo de secagem termina [11].

A operação de secagem deve ser feita no tempo mais curto possível, com o menor consumo de energia e sem causar danos no material. A transmissão de calor pode ser feita por três processos:

- I. Condução: transferência de energia de vibração dos átomos ou moléculas para outros;
- II. Convecção: Transmissão devida ao movimento macroscópico do fluido transmissor;
- III. Radiação: transmissão sob forma de radiações eletromagnéticas.

De um modo geral o ar de secagem desempenha um papel muito importante na secagem da peça, quer como veículo principal de transporte do calor quer como recetáculo do vapor de água entretanto formado. Pode-se afirmar que a transferência de calor é feita essencialmente por convecção através do ar quente para a superfície das peças e por condução da superfície para o interior das mesmas.

Durante a secagem, mesmo que o ar ambiente esteja em movimento sobre o material a secar, existe sempre uma fina camada adjacente à superfície do material, na qual o ar não se move, designada por camada estacionária. Esta camada é atravessada quer pelo ar ambiente à superfície do material durante a secagem, quer pelo calor cedido pelo ar ambiente à superfície do material.

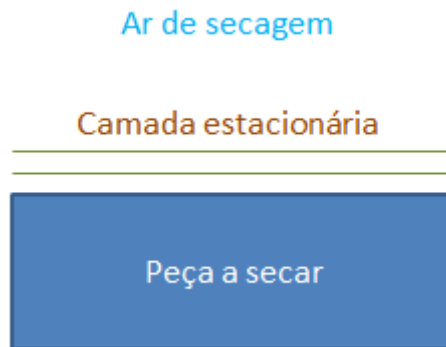


Figura 12- Representação da camada estacionária.

As moléculas ou o conjunto de moléculas de água, sob a forma de vapor, atravessam a camada estacionária por difusão, enquanto o calor a atravessa em sentido contrário por condução.

A secagem pode ser dividida em duas etapas. Na primeira etapa o ar arrasta as moléculas de água livre situadas na superfície da peça, ocorrendo um movimento ascendente ou um fluxo de água livre até à superfície para preencher os espaços vazios deixados pelas moléculas de água que já foram para a atmosfera. Nesta etapa a quantidade de água evaporada ao longo do tempo é constante. E enquanto existir um fluxo de água do interior da peça até à superfície o rendimento da evaporação é constante.

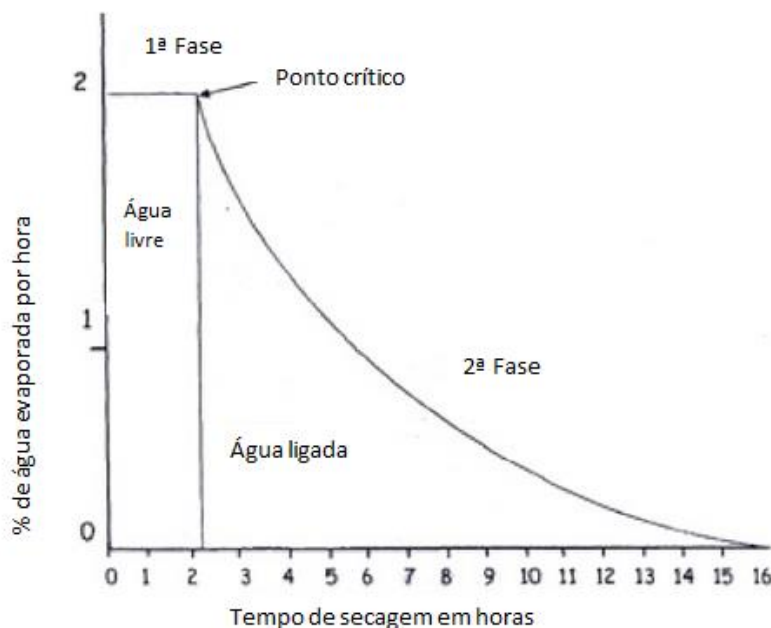


Figura 13- Variação do rendimento da secagem em função do tempo [7].

No momento em que se eliminou toda a água livre, considera-se que a retração do corpo cerâmico terminou. O momento em que isto acontece chama-se de ponto crítico e a partir desse ponto o rendimento da secagem, ou seja, a quantidade de água evaporada por unidade de tempo diminui.

Na segunda fase da secagem não ocorre a evaporação da água da superfície do corpo cerâmico, ocorre no interior dos capilares. A evaporação é realizada por forças eletrostáticas à superfície das partículas. À medida que avança a secagem o rendimento diminui consideravelmente.

Dos primeiros estudos experimentais relativos à secagem foram feitos por Bigot em 1921 e permite uma melhor determinação do ponto crítico.

As curvas de Bigot são a representação gráfica da evolução da retração linear durante a secagem em função da perda de líquido. Este ensaio é importante, devido às tensões originadas durante a retração da peça que podem criar defeitos durante a secagem.

Com o conhecimento desta curva, a otimização do ciclo de secagem torna-se mais fácil e permite evitar que o corpo cerâmico não apresente defeitos e por outro lado não permaneçam tempos exagerados na estufa durante a secagem o que implicaria um aumento de custos de produção.

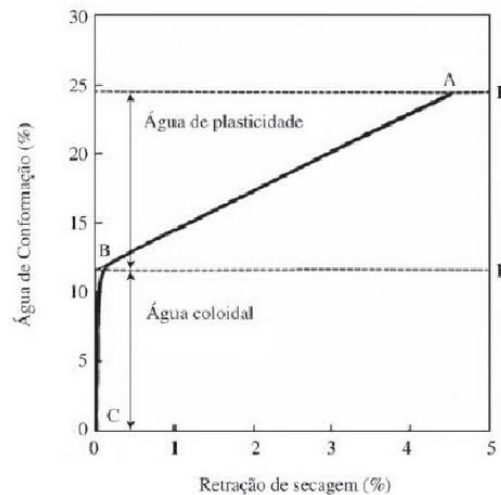


Figura 14- Exemplo de um gráfico de Bigot [6].

As curvas de Bigot podem ser divididas em várias etapas. Numa descrição mais generalizada pode-se descrever da seguinte forma:

- Ponto A- quantidade total da água retida na peça no início da etapa da secagem;
- Linha A-B- primeira fase da secagem. Ocorre a eliminação da água residual;
- Linha B-C- eliminação da água intersticial;
- Ponto D- Separa os dois tipos de água (intersticial e residual). A diferença entre D-E corresponde ao valor da água residual. Enquanto o valor da água intersticial é a diferença D-C [9].

No começo da secagem, deve-se equilibrar a evaporação superficial com a chegada de água do interior à superfície da peça sendo por isso deve-se evitar uma evaporação superficial demasiado rápida promovendo a migração da água do interior até à superfície com uma velocidade industrialmente rentável.

Anteriormente referiu-se que o ar de secagem é agente fundamental, pelo que vários fatores relacionados com ele são determinantes na secagem.

A temperatura e humidade relativa do ar condicionam a capacidade do ar em ceder calor e a de receber vapor de água. Quando é necessário controlar a evaporação superficial, a humidade relativa do ar deve manter-se elevada e a temperatura baixa, ainda que a um nível suficiente para manter o fluxo de água do interior da peça. Quando a velocidade de secagem se torna mais lenta, para o fim da secagem, é necessário acelerá-la, aumentando a temperatura do ar e baixando a sua humidade relativa.

A velocidade do ar sobre as peças também influencia a secagem. Como a evaporação do ar é um fenómeno de difusão do vapor de água da superfície para o ar ambiente através da camada estacionária do ar. Junto desta camada o ar está saturado de vapor de água, pelo que é necessário remove-lo por agitação, com ventiladores por exemplo, se se pretender aumentar a velocidade de evaporação.

A forma e dimensão das peças também influenciam na qualidade da secagem. A superfície específica das peças mas também a quantidade de ar que contacta cada um dos seus pontos por unidade de tempo, a qual, para uma boa secagem, deve ser contante em cada momento. Peças de grandes dimensões, não só possuem mais água que é necessário retirar, como também, por serem mais espessas, colocam mais problemas de migração de água do interior.

A natureza mineralógica do material é condicionante na medida que influencia no tamanho e forma dos capilares e por consequência, do fluxo migratório da água do interior quer no estado de vapor. Por outro lado determina a energia de ligação da água ao material e a própria quantidade de água de conformação.

Quando o ciclo térmico de secagem não é realizado da forma mais correta é corrente observar o aparecimento de defeitos, podendo ser, deformações, fissuras e rotura das peças. Estes podem ser observados após a etapa de secagem ou no fim da etapa de sinterização.

Estes defeitos podem ter origem na evaporação superficial demasiado rápida relativamente à migração da água do interior.

Espessura não uniforme das várias zonas da peça, com a secagem mais rápida das arestas e nas partes mais finas.

Tensões originadas na conformação, que podem ter origem num maior afastamento entre os grãos nas zonas tensionadas por tração das peças, nas quais ocorre uma maior retração na secagem.

A ação do suporte das peças a secar tem por um lado um efeito retardador da evaporação na face de assentamento, por reduzir o contacto com o ar, e por outro, dificulta, por atrito, a movimentação da peça ao contrair-se. Origina por isso deformações as quais no caso dificuldade de movimentação em relação ao suporte, e pode-se evitar colocando areia fina entre ele e a peça.

Após a etapa de secagem as peças são levadas para um forno onde se realiza a sinterização. O tempo de transição das peças da estufa de secagem para o forno de sinterização deve ser o menor possível devido à humidade do ar. Se as peças estiverem

expostas ao ar durante muito tempo existe a possibilidade de absorverem humidade e ser necessária uma nova secagem.

1.4.4- Sinterização

A sinterização é um dos procedimentos tecnológicos mais importantes na indústria cerâmica.

A sinterização é considerada um processo de adesão ativado termicamente que promove um crescimento das ligações de contato entre as partículas.

Sendo assim, a interação entre partículas de pós cerâmicos é melhorada através da sinterização. São geradas forças atrativas que conseguem sustentar os pós cerâmicos quando estes são sujeitos a forças externas. Para compreender melhor este fenómeno é necessário uma abordagem mais aprofundada aos fundamentos da interação entre partículas.

A sinterização resulta do movimento atómico cuja força motriz são as altas temperaturas, tornando os processos difusivos dominantes. Existem variáveis que afetam a sinterização. Estas variáveis incluem a densidade inicial dos pós (densidade em verde), o tipo de pós, a granulometria, atmosfera de sinterização, o tempo de sinterização, a temperatura de sinterização e a velocidade de aquecimento.

A progressão geométrica associada à sinterização pode ser dividida em três estágios: início, intermédio e final.

Durante o estágio inicial ocorre o rearranjo das partículas e a formação de ligações fortes no ponto de contato entre as partículas. A densidade relativa sofre um pequeno aumento resultando num melhor empilhamento das partículas.

No estágio intermédio a porosidade vai sendo eliminada progressivamente. As partículas movem-se mais perto umas das outras conduzindo à retração do composto. Alguns grãos crescem à custa dos outros devido aos movimentos das fronteiras de grão. Este estágio continua enquanto existir o contato entre poros (porosidade aberta) e só termina quando este contato não existe passo a haver só porosidade fechada.

No estágio final da sinterização os poros estão praticamente fechados e são progressivamente eliminados por difusão lacunar, a partir dos poros ao longo das fronteiras de grão. Neste estágio a densificação é pequena e ocorre o crescimento de grão, este crescimento deve-se ao movimento das fronteiras de grão. Pode existir o crescimento de grão anormal quando a mobilidade de grão é elevada [13].

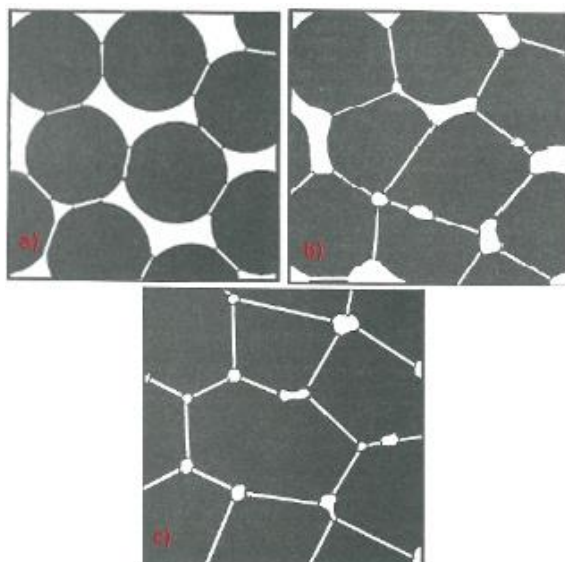


Figura 15- Disposição espacial no estágio a) inicial, b) intermedio e c) final [8].

Existe a possibilidade de adicionar aditivos que criam uma fase que melhora o grau de difusão durante a sinterização. [3].

Neste tipo de sinterização, sinterização no estado sólido, o processo de densificação, como foi dito anteriormente, resulta de um crescimento de grão obtendo assim numa maior dificuldade em produzir corpos cerâmicos de densidade muito elevadas, sobretudo quando o cerâmico está sujeito a ligações fortes (covalentes). Uma solução para contrariar este problema é usar aditivos (em forma de líquido) que quando adicionados estes vão-se localizar entre os grãos cerâmicos durante a temperatura de sinterização. Esta fase líquida promove uma elevada difusividade do transporte da matéria até aos poros produzindo elevada densificação. Este processo é conhecido como sinterização em fase líquida.

Sinterização viscosa é um outro tipo de sinterização. Neste caso, um vidro ou um líquido viscoso está presente durante a etapa de sinterização. Este aditivo quando sujeito a temperaturas na escala das temperaturas de sinterização flui sobre os capilares forçando a que os poros fiquem completamente preenchidos. O corpo cerâmico quando arrefecido consiste numa microestrutura cristalina e numa fase vítrea, este tipo de sinterização é usada sobretudo em porcelanas [3,15].

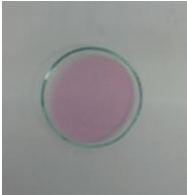
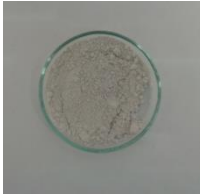
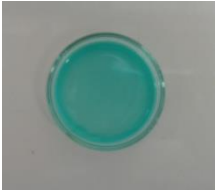


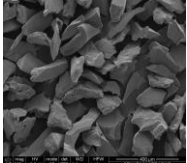
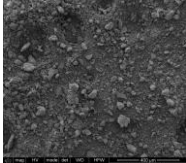
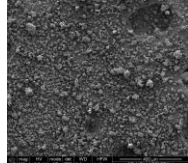
Capítulo 2- Materiais e Procedimentos Experimentais

2.1- Materiais utilizados

Um dos objetivos principais deste trabalho é a otimização do processamento de mós abrasivas produzidas pela empresa em colaboração, sendo assim, é necessário recorrer aos materiais que estes utilizam para produzir os mesmos componentes. A proporção dos diversos materiais na formulação do compósito é a usada na empresa. A quantidade de cada material e a sua ordem de mistura são parâmetros importantes para compreender os estudos apresentados nos capítulos seguintes, no entanto, não serão divulgados por razões de confidencialidade.

Na tabela 1 apresenta-se os materiais de base utilizados para a elaboração de mós abrasivas.

Tabela 1- Materiais utilizados para a produção de provetes.

Grão abrasivo	Forma a matriz do compósito	Aditivo líquido	Aditivo sólido	Aditivo líquido
Al ₂ O ₃	B27	Álcool	Dextrina	Ureia
				
sólido	sólido	líquido	sólido	líquido
Morfologia dos constituintes				
				

O composto que forma a matriz que sustenta os grãos abrasivos depois do compósito ser sinterizado é o B27. Este componente é a mistura de outros vários materiais e tem o nome de código utilizado pela própria empresa. Os aditivos líquidos e sólidos apresentados na tabela 1 servem sobretudo para dar consistência às mós abrasivas em verde. Como estes aditivos são comerciais é possível apresentar as características técnicas de cada um.

Tabela 2- Ficha técnica do Álcool (dados do fornecedor).

Nome técnico	Pureza	Cor	Massa volúmica (20°C)	Teor em água
Dietilenoglicol	99 %m/m	Escala Pt-Co	1116 Kg/m ³	0,2 %

Tabela 3- Ficha técnica da Dextrina (dados do fornecedor).

Nome técnico	Base	Cor	Viscosidade	Substância seca	Solubilidade em água	pH
Dextrina amarela	Amido	Amarela	1500-1800	98-100%	Solúvel	5-8

Tabela 4- Ficha técnica da Ureia (dados do fornecedor).

Nome técnico	Cor	pH	Ponto de inflamação	Massa específica	Solubilidade em água	Viscosidade	Densidade aparente
Resina UR/300	Incolor	9	Não inflamável	1,04 g/cm ³	Limitada	300 mPa.s	1,25 g/cm ³

2.2- Conformação de provetes

Após o conhecimento dos vários materiais presentes na composição dos provetes é necessário proceder à sua mistura.

Os materiais líquidos promovem a formação de aglomerados quando em contacto com os materiais sólidos. Estes aglomerados podem provocar uma heterogeneidade da mistura. Uma mistura heterogénea afeta o desempenho dos componentes bem como a sua estética. Desta forma, uma mistura homogénea é um parâmetro crucial para obter componentes de qualidade. Antes de proceder à prensagem da mistura deve-se observar cuidadosamente a mistura para evitar o máximo possível que não se apresente heterogénea. Neste trabalho a mistura foi feita de modo manual. Como em cada etapa a quantidade de mistura produzida é muito reduzida, cerca de 300g, não foi necessária recorrer a um misturador automático. O tempo de mistura médio por provete foi de 3 minutos.

Após a obtenção de uma mistura considerada homogénea, esta é colocada numa matriz metálica de forma a conseguir produzir provetes, por compressão, com a forma e dimensões pretendidas. Neste trabalho foi usada uma matriz com um diâmetro interno de aproximadamente 60 milímetros. A matriz utilizada está representada na figura 17.

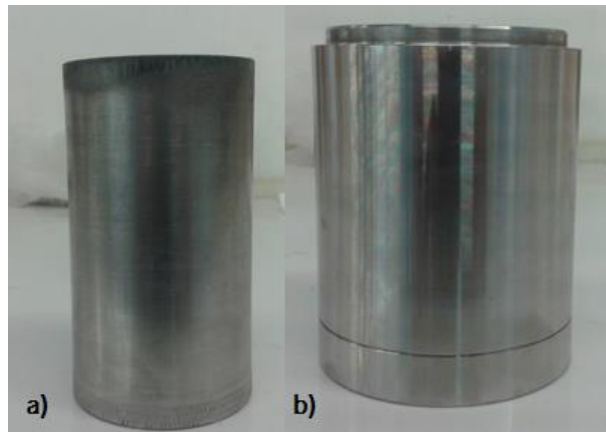


Figura 16-Matriz utilizada na conformação dos provetes. a) Punção. b) Conjunto de corpo central e peça inferior.

A matriz pode ser dividida em três peças distintas. (1) O punção transfere a pressão exercida da prensa até à mistura de pós. (2) Corpo central é onde se localiza a mistura de pós e é o que confere o diâmetro pretendido ao provete. (3) Peça inferior deve ser amovível, para que numa primeira etapa garanta a sustentação inferior do pó e numa segunda etapa seja retirada para a obtenção dos provetes.

Em seguida apresenta-se a geometria da matriz.

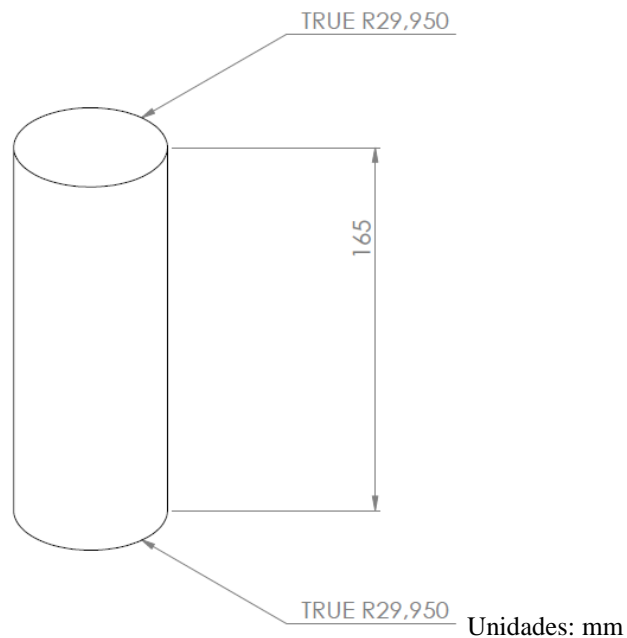
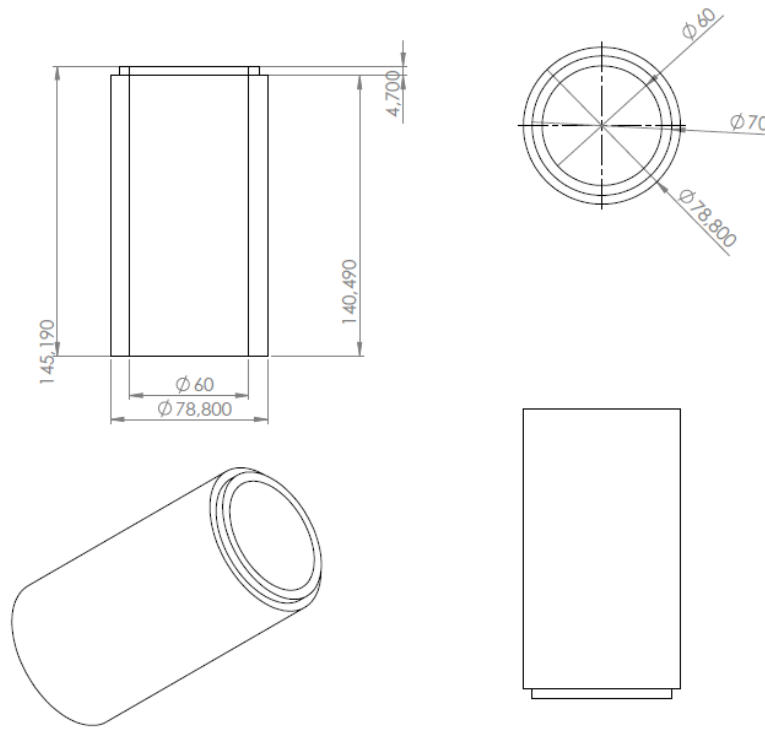


Figura 17- Geometria do punção utilizado na conformação dos provetes.

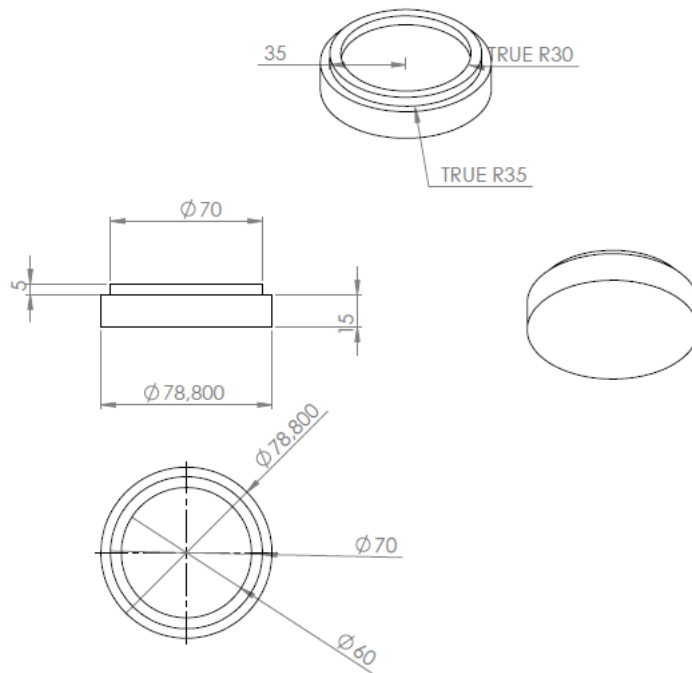
Na figura 17 pode-se observar que o punção tem forma cilíndrica e tem uma altura 165 mm e 29,95 mm de raio.



Unidades: mm

Figura 18- Geometria do corpo central da matriz utilizada na conformação dos provetes.

Nesta figura observa-se que o diâmetro utilizado é de 60 mm e tem uma altura de 145,19 mm. A folga entre o diâmetro do corpo central e o diâmetro do punção deve ser a menor possível. A folga utilizada entre o corpo central e o punção foi de 0,1 mm. Com uma folga muito pequena evita-se que as partículas do grão abrasivo se movam para a interface do corpo central com o punção. Se isto acontecer os danos na matriz são elevados e deve-se recorrer à retificação da matriz. Apesar de a folga ser muito pequena é impossível evitar que todas as partículas do grão abrasivo se desloquem para a interface. Por isso, a matriz teve de ser retificada algumas vezes. Por consequência, o diâmetro aumentou até ao máximo de 62 mm. Desta forma os provetes produzidos variaram em diâmetro (de 60 até 62 mm).



Unidades: mm

Figura 19- Geometria da peça inferior da matriz utilizada na conformação dos provetes.

A peça inferior da matriz deve-se mover com facilidade para que a sua remoção seja feita de tal forma que o material não fique agarrado. Se tal acontecesse, o provete ficaria com um acabamento superficial deficiente.

Como foi dito anteriormente, pretendeu-se replicar as condições de conformação utilizadas na empresa para a produção dos provetes de teste.

. Deste modo, a tensão exercida sobre a mistura de pós é $17,68 \text{ N/mm}^2$. Para que esta tensão seja aplicada é necessário fornecer uma força de 50 kN. Para aprofundar o estudo dos componentes sugeriu-se alterar a tensão aplicada durante esta etapa. Com a alteração da tensão de compressão é possível verificar o efeito da tensão aplicada na qualidade de secagem dos componentes. Para realizar este estudo aplicou-se em novos provetes mais duas tensões $10,61 \text{ N/mm}^2$ e $26,76 \text{ N/mm}^2$. Para aplicar estas tensões nos provetes é necessário aplicar uma força com 30 kN e 70 kN, respetivamente. A aplicação da força na peça foi feita de forma gradual até atingir o valor máximo. A partir desse momento foram feitos ajustes de forma a manter esse valor. O tempo total de compressão usado foi de 3 minutos. Este foi determinado de forma a permitir a estabilização da pressão máxima aplicada sobre o compósito. A tabela 5 mostra a tensão que é exercida sobre os provetes.

Tabela 5- Tensão aplicada nos provetes quando sujeitos a uma pressão na etapa de conformação.

Pressão (kN)	30	50	70
Tensão (N/mm ²)	10,61	17,68	26,76

Para esta etapa de conformação foi utilizada uma prensa Herzog como a representada na figura 20. Esta permite aplicar cargas até 200 kN.



Figura 20- Modelo da prensa utilizada para a produção de provetes.

No final desta etapa os provetes produzidos têm um aspeto semelhante ao representado na figura 21.

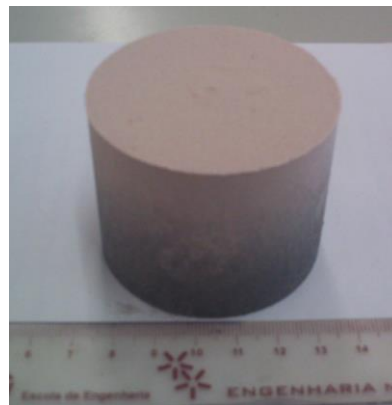


Figura 21- Exemplo de provete produzido.

A massa de material para cada provete foi mantida constante permitindo, desta forma, a repetibilidade das condições experimentais de realização da mistura (em termos de doseamento dos materiais e de mistura). Deste modo há, para cada taxa de compressão, uma altura média final diferente. Por isso, é importante referenciar as dimensões dos provetes. O quadro seguinte mostra as dimensões médias dos provetes consoante a alteração da tensão de compressão exercida sobre os provetes na etapa de conformação.

É importante referir que o diâmetro utilizado corresponde às peças pequenas e médias produzidas na empresa. Os equipamentos laboratoriais não permitem o estudo de peças de maiores dimensões.

Tabela 6- Variação da geometria com diferentes níveis pressão.

Tensão (N/mm²)	10,61	17,68	26,76
Diâmetro (mm)	60-62	60-62	60-62
Altura (mm)	51,3-51,9	48,6-49,2	47,3-48

No final desta etapa os provetes estavam prontos a serem colocados na estufa para ser realizado um ciclo térmico de secagem.

2.3- Ciclo térmico de secagem

Neste trabalho foi utilizado como base o ciclo térmico de secagem usado na empresa para este tipo de peças. O ciclo térmico utilizado pela empresa para a secagem de mós abrasivas é o apresentado na figura 23. A velocidade de aquecimento é 0,25°C/min terminando num arrefecimento ao ar fora da estufa.

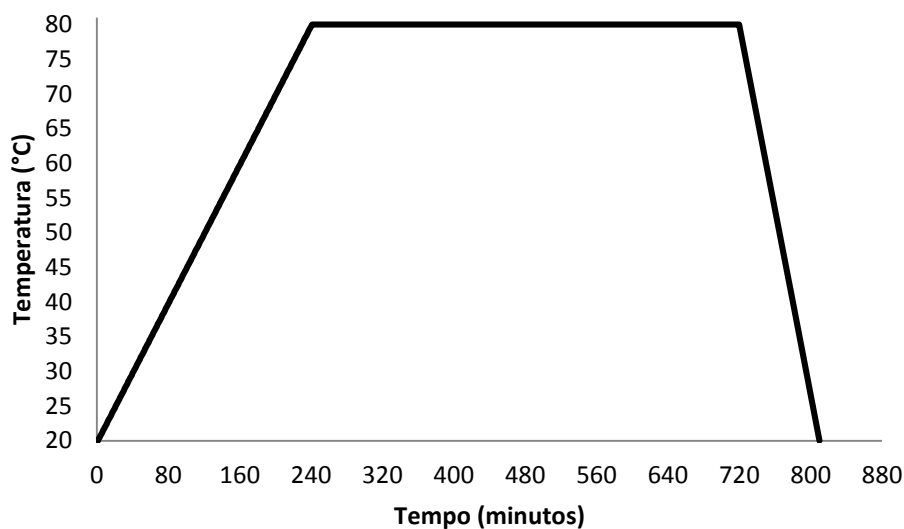


Figura 22 Ciclo térmico de secagem utilizado na empresa.

Como o equipamento disponibilizado não se conseguia reproduzir o ciclo térmico de secagem automaticamente, teve que se adaptar ao utilizador. Sendo assim, e como a velocidade de aquecimento é de $0,25^{\circ}\text{C}/\text{min}$, procedeu-se ao aumento de 5°C a cada 20 minutos de ciclo térmico. A etapa da secagem reproduzida para este trabalho está explícita na figura 23.

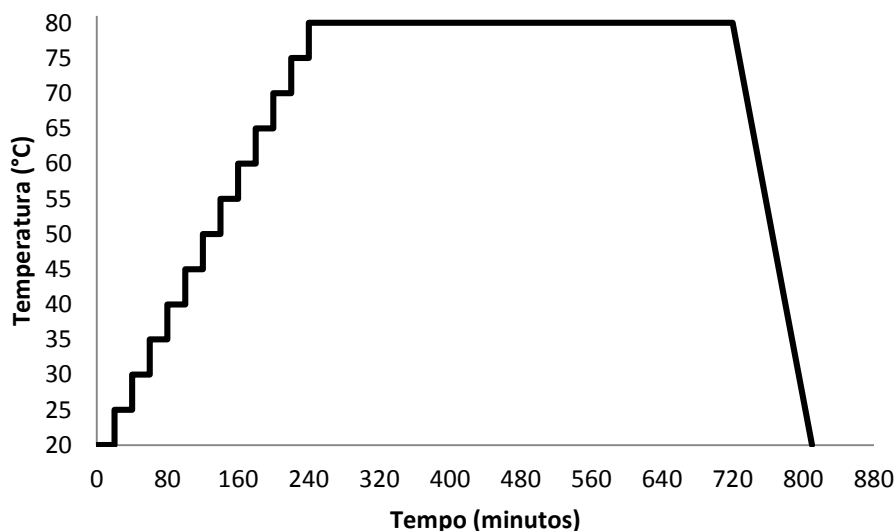


Figura 23- Ciclo térmico de secagem utilizado neste trabalho.

Este ciclo térmico corresponde a uma velocidade de aquecimento de $0,25^{\circ}\text{C}/\text{min}$. O arrefecimento dos provetes foi feito ao ar fora da estufa.

Um dos objetivos deste trabalho é o estudo do processo de secagem para peças com geometrias diferentes. Para isso foi usado um procedimento experimental que permite determinar o teor de humidade ao longo da peça (diga-se do centro para a periferia) para diferentes fases do processo de secagem. Para tal, os provetes iam sendo retirados da estufa à medida que o ciclo térmico de secagem avançava. Este procedimento experimental permitirá a determinação do teor de humidade em qualquer zona da peça em função da sua distância à periferia. A tabela 7 mostra as etapas do ciclo térmico de secagem na qual os provetes eram retirados da estufa para proceder ao estudo da % de humidade.

Tabela 7- Etapas consideradas para o estudo da perda de humidade durante o ciclo térmico da secagem.

	Etapas 1	Etapas 2	Etapas 3	Etapas 4	Etapas 5
Temperatura (°C)	45	60	75	80	80
Tempo (min)	120	180	240	315	1260

Com estas etapas, pode-se estudar a evolução da perda de humidade durante a fase de aquecimento, durante o estágio isotérmico e no final do ciclo térmico de secagem.

A escolha do tempo para as diferentes etapas baseou-se na análise termogravimétrica (TGA), figura 24, na qual é possível observar que ocorre uma grande variação de peso da amostra logo aos 14 minutos do ciclo térmico. No entanto, como é impossível realizar o procedimento experimental do corte, da parte central retirada dos provetes em amostras, pensou-se utilizar um tempo mais longo e que conferisse uma resistência mecânica aceitável para cortar as amostras, desta forma a primeira etapa seria aos 120 minutos seguindo-se outra etapa que permitisse avaliar o comportamento da secagem no aquecimento, etapa com 180 minutos. Com a análise de TGA foi possível observar-se que a maior perda de líquido ocorria durante a fase de aquecimento do ciclo térmico, cerca de 0,32% do peso da amostra, por isso uma etapa logo após a fase de aquecimento (240 minutos, Etapa 3) era essencial para compreender a evolução da secagem nos provetes. A Etapa 4 (315 minutos) foi realizada para que fosse possível avaliar o comportamento da secagem a meio do estágio isotérmico.

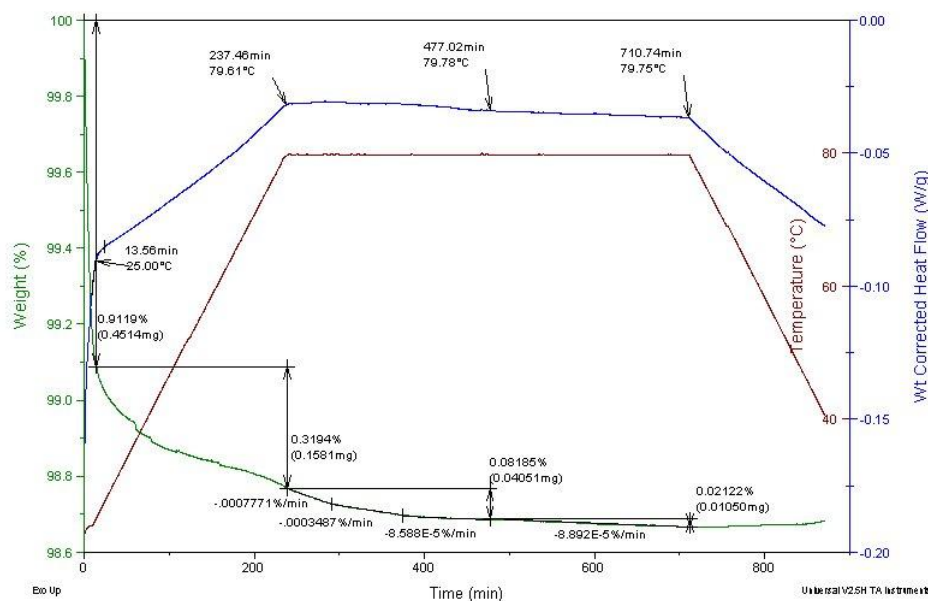


Figura 24- Análise termogravimétrica realizada numa amostra do compósito.

Como a conformação de provetes é um processo moroso (cerca de 40 minutos por provete seguindo-se um ciclo térmico de secagem), aplicando o ciclo de térmico de secagem da empresa (12 horas no total) o laboratório não tinha disponibilidade para que fosse possível cumprir estes tempos. Logo os provetes da última etapa do ciclo térmico de secagem eram retirados 1 dia depois do processo de conformação. Os 1260 minutos da Etapa 5 advêm da disponibilidade do laboratório.

Com a aplicação deste ciclo térmico é possível avaliar a evolução da qualidade da secagem à medida que o ciclo térmico avança.

2.4- Preparação de amostras

Os provetes obtidos para cada uma das etapas consideradas acima eram cortados a meio e retirava-se uma parte central do provete. Em seguida a parte central do provete era cortada em amostras. A identificação das amostras era feita de forma a conseguir-se identificar - as que pertenciam mais ao centro e mais à periferia do provete. Este é um procedimento inovador e foi idealizado com a finalidade de estudar a evolução da humidade do centro até à periferia do provete. Nas etapas iniciais do ciclo térmico de secagem os provetes apresentavam-se muito húmidos. A dificuldade no corte de

amostras era grande, visto estas não apresentam uma estabilidade mecânica suficientemente alta para serem sujeitas a um manuseamento. Com a evolução dos trabalhos, o processo de corte das amostras nas etapas iniciais do ciclo térmico de secagem, foi evoluindo promovendo a introdução de novas ferramentas que permitiram uma melhor recolha dessas amostras.

Na figura 25 é mostrada a parte central removida num provete.



Figura 25- Exemplo da parte central retirada de um provete em estudo.

Após retirar a parte central do provete este era cortado e dividido em amostras, colocando estas num vidro de relógio e numeradas de forma a conseguir identificar as amostras que estavam localizadas na periferia e no centro. A figura 26 mostra de como as amostras obtidas eram identificadas.

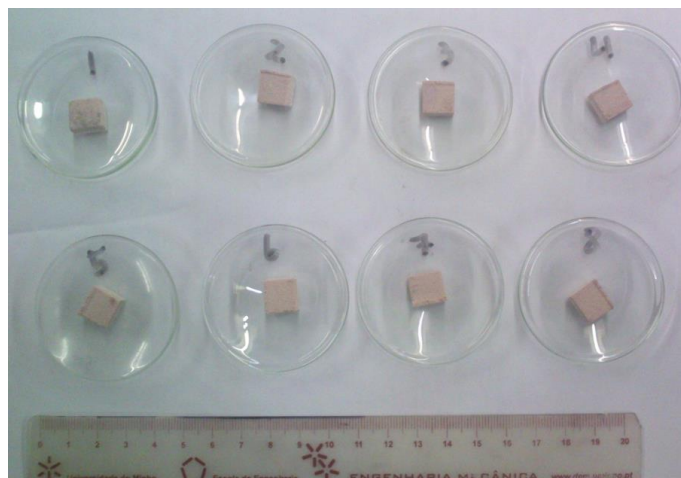


Figura 26- Exemplo de amostras obtidas após o corte central do provete.

Após obter e identificar as amostras estas eram pesadas e levadas novamente à estufa à temperatura de 105°C durante um tempo longo, superior a 4 horas, este tempo foi utilizado para garantir que as amostras ficavam completamente secas.

Após este tempo de secagem as amostras estavam completamente secas e era registrada a sua massa. A diferença da massa das amostras registrada após o corte do provete e a massa das amostras depois da secagem completa resultava numa perda de massa. Essa perda de massa corresponde à quantidade de líquido que evaporou da amostra, podendo ser convertido numa % de humidade residual (a existente na peça numa determinada zona e no tempo de ciclo de secagem considerado).

Após o corte das amostras era necessário saber a que distâncias se encontravam da periferia. Como não é possível cortar todas as amostras do mesmo tamanho, relacionou-se a distância, a que as amostras se encontravam da periferia, com o seu peso. Foi considerado o ponto mais central da amostra com o ponto de referência. O esquema seguinte explica como a distância à periferia foi considerada para a apresentação de resultados de variação de peso.

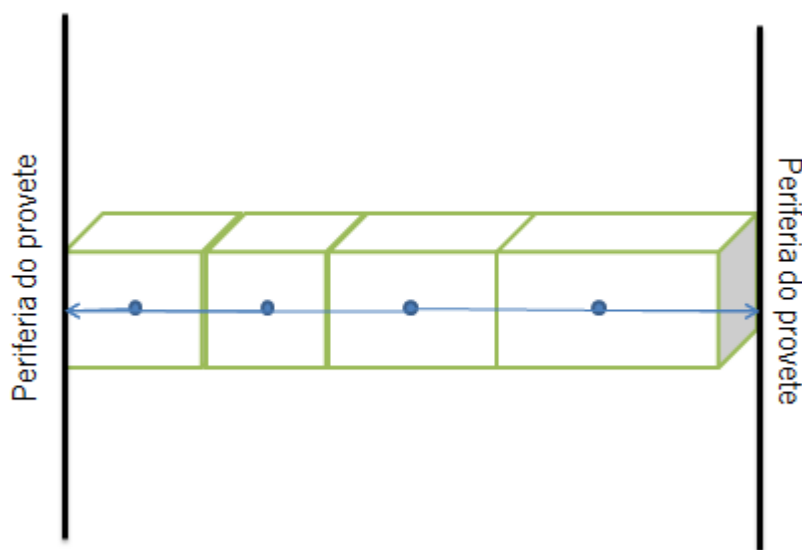
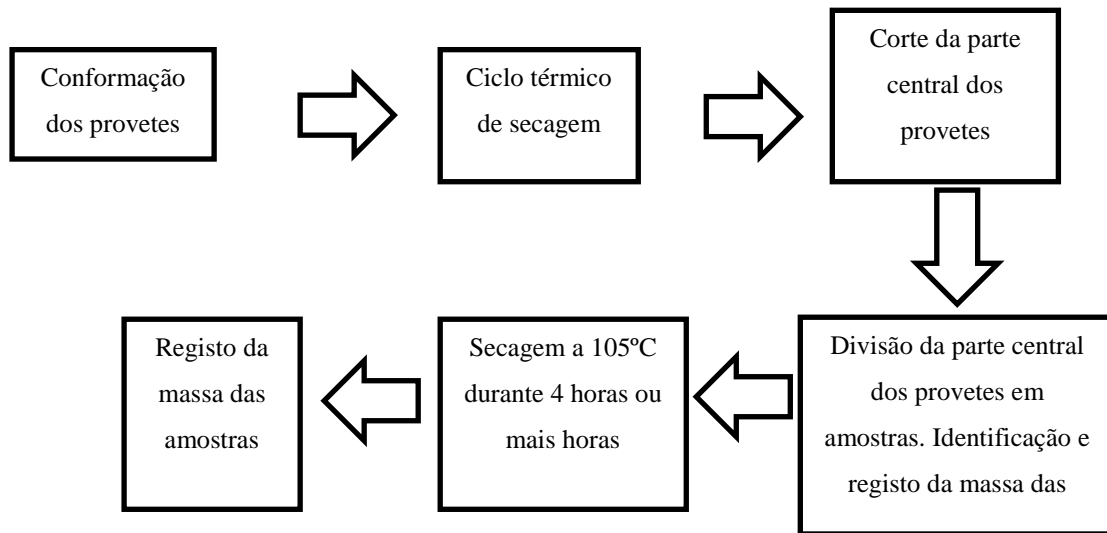


Figura 27- Esquema que exemplifica a distância do centro das amostras para a periferia do provete.

Como a altura e a sua espessura é uma constante em todas as amostras a única variável é a largura da amostra, ou seja, o volume da amostra está relacionado com a largura que cada uma tem, sendo assim o peso depende da largura da amostra. Sabendo

o peso é possível determinar a distância do ponto médio de cada amostra relativamente à periferia da peça.

O esquema seguinte resume o processo para obter a perda de humidade em amostras retiradas de provetes.



2.5- Caracterização química e estrutural

Para uma melhor compreensão deste trabalho a apresentação teórica das técnicas de caracterização utilizadas é essencial. Técnicas de caracterização morfológica e química como Microscopia Eletrónica de Varrimento (MEV) e Espectroscopia de Infravermelhos (FTIR) e caracterização mecânica através de ensaios de compressão foram utilizadas para aprofundar a investigação dos produtos em estudo.

2.5.1- Microscopia Eletrónica de Varrimento e Espectroscopia de Raios-X

O Microscópio Eletrónico de Varrimento (MEV) é uma técnica de microscopia que permite obter diversos tipos de informação sobre o material em estudo, nomeadamente a topografia das amostras, morfologia, distribuição de fases, estrutura e orientação de grãos, deteção de defeitos estruturais.

O MEV, é uma das técnicas de microscopia mais utilizada, devido à qualidade dos resultados obtidos; rapidez de aquisição de resultados e baixo custo. A capacidade de ampliação está compreendida entre os 10X – 300.000 X.

Como o MEV é normalmente usado em conjunto com uma sonda de microanálise de elétrons (EPMA), os fótons de Raios-X emitidos são usados para determinar a composição da amostra (EDS). Assim, estas duas técnicas podem ser utilizadas em simultâneo, permitindo a análise da composição química de Pontos específicos observados nas imagens de MEV.

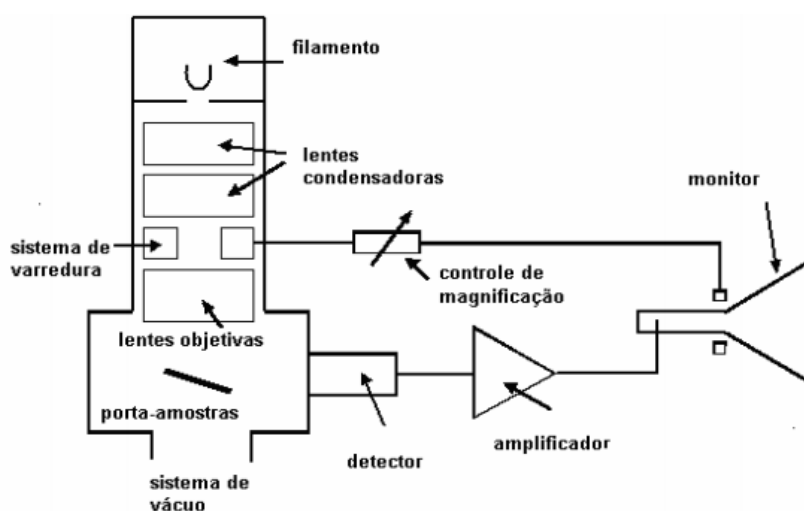


Figura 28- Esquema de funcionamento do MEV [9].

A parte superior do equipamento de SEM contém um “canhão” de elétrons que são produzidos pelo aquecimento de um filamento de tungsténio que produz a emissão dos elétrons que serão focados sobre a superfície da amostra através de um conjunto de lentes e campos magnéticos. Para garantir que estes elétrons atinjam a amostra é necessário que o sistema esteja em vácuo, para que os elétrons consigam alcançar a superfície da amostra sem colidirem com impurezas. Simultaneamente o vácuo garante que não há contaminação da superfície da amostra.

O feixe de elétrons ao incidir sobre a superfície irá interatuar com ela, provocando a emissão de fótons ou elétrons. Uma fração desses elétrons é recolhida pelo detector permitindo a modulação do brilho no tubo de raios catódicos (CTR), onde a imagem é produzida. O feixe irá varrer toda a superfície da amostra, sendo que em cada Ponto onde ele incide é reproduzido diretamente no monitor.

A técnica de EDS baseia-se na medição da intensidade dos Raios – X emitidos em função da energia do fóton, sendo esta energia resultado da transição eletrônica sofrida pelo átomo, e por isso, característica de cada elemento. Pela análise da intensidade do pico é possível fazer uma estimativa da concentração de cada elemento.

Os raios – X são produzidos pela ionização do átomo com radiação de elevada energia. Com a incidência da radiação um dos elétrons internos do átomo é removido, provocando a transição de um elétron de um nível de energia mais alto para o estado que foi desocupado pelo elétron removido. Durante esta transição há libertação de um fóton com energia correspondente à transição eletrônica que ocorreu. A presente transição tem uma energia que é característica do átomo onde ela ocorreu, permitindo desta forma a identificação da espécie química presente na amostra [16].

A caracterização microestrutural das fases foi efetuada por Microscopia Eletrônica de Varrimento (MEV); a caracterização química das fases foi realizada por Espectroscopia de Dispersão de Energias (EDS); para caracterizar a ligação química do material foi realizado Transformada de Fourier por Espectroscopia de Infravermelho (FTIR).

As amostras foram analisadas em MEV, para avaliar a microestrutura e os equipamentos utilizados foram um SEM de alta resolução FEI Nova 200 FEG equipado. Tanto o equipamento de MEV/EDS pertencem ao SEMAT/UM da Universidade do Minho.

2.5.2- Espectroscopia de Infravermelhos (FTIR)

A espectroscopia de infravermelho (espectroscopia IV) é um tipo de espectroscopia de absorção a qual usa a região do infravermelho do espectro eletromagnético.

Como as demais técnicas espectroscópicas, ela pode ser usada para identificar um composto ou investigar a composição de uma amostra.

A espectroscopia no infravermelho baseia-se no fato de que as ligações químicas das substâncias possuem frequências de vibração específicas, as quais correspondem a níveis de energia da molécula. Tais frequências dependem da forma da superfície da molécula, da geometria molecular e das massas dos átomos.

Se a molécula receber radiação eletromagnética com a mesma energia de uma dessas vibrações, então a luz será absorvida desde que sejam atendidas a determinadas condições. Para que uma vibração apareça no espectro IV, a molécula precisa sofrer uma variação no seu momento dipolar durante essa vibração. As frequências de ressonância podem ser em uma primeira aproximação relacionadas ao comprimento da ligação e às massas dos átomos em cada ponta dela [17].

Para realizar o FTIR foi necessário preparar amostras antes de serem analisadas. A preparação é realizada formando uma pastilha que contém o material para análise junto com KBr. Na preparação destas pastilhas foi usada a relação de 1 mg de material a analisar para 90 mg de KBr. Após a preparação da pastilha é analisada a sua composição química no equipamento ABB modelo FTLA 2000. Este equipamento utilizado pertence ao Departamento de Química da Universidade do Minho.

2.6- Caracterização mecânica

Para a avaliação das propriedades mecânicas dos provetes durante a secagem realizaram-se ensaios de compressão.

Ao contrário do ensaio de tração, os ensaios de compressão utilizam-se com pouca frequência no estudo das propriedades mecânicas dos materiais. Este ensaio apresenta algumas limitações que podem ser: (1) o atrito entre o provete e os pratos superior e inferior do equipamento; (2) a possibilidade de encurvatura do provete e (3) erros de medida frequentes.

As condições de ensaio variam consoante o tipo de material a testar (dúctil ou frágil).

No caso dos materiais frágeis a zona elástica é muito pequena e, por isso, não é possível determinar com rigor as propriedades mecânicas relativas a esta zona de ensaio. As condições do provete condicionam o tipo de rutura. Para os materiais frágeis a propriedade mais significativa a avaliar é a tensão de compressão e é calculada através da seguinte formulação [18].

$$T = \frac{F}{A}$$

Onde:

F- representa a força aplicada ao provete (Newtons - N);

A- representa a área de aplicação da força (milímetro quadrado - mm²);

T- representa a tensão de compressão (N/mm²).

Os equipamentos utilizados foram os (1) Instron 8874 e (2) Nevlab-Dartec. O equipamento (1) é utilizado para amostras pequenas. Mas como foi necessário recorrer à

produção de provetes de área maior houve a necessidade de recorrer a um equipamento que exercesse forças de compressão superiores, equipamento (2).

Para o equipamento (1) as amostras produzidas tinham um diâmetro de 30 mm e uma altura de 17 mm. A imagem seguinte é um exemplo de um provete utilizado.



Figura 29- Prova utilizada para ensaios de compressão no equipamento (1).

Para o equipamento (2) as amostras preparadas tinham 62 mm de diâmetro e 10 mm de altura. A imagem seguinte representa os provetes utilizados para o equipamento (2)

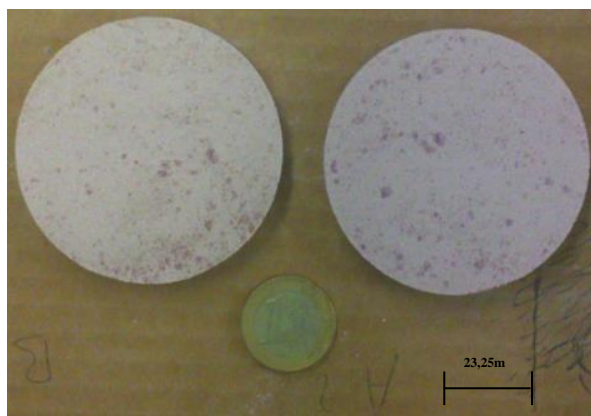


Figura 30- Provetes produzidos para ensaios de compressão para o equipamento (2).

Após o ensaio de compressão, era obtido a resistência à compressão de cada provete através do *software* BlueWill 2

Capítulo 3- Apresentação e Discussão de Resultados

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados obtidos. Em primeiro lugar apresentam-se os resultados sobre a evolução da secagem do centro até à periferia da amostra, a influência das condições de prensagem na qualidade da secagem, a influência da velocidade de aquecimento na secagem e uma modelação matemática do mecanismo de secagem. Numa fase posterior serão apresentados resultados sobre a caracterização físico-química e estrutural de amostras.

3.1- Evolução da secagem do centro até à periferia da amostra em provetes com 60 mm de diâmetro

Como foi dito no capítulo 1, o movimento do líquido contido em provetes cerâmicos ocorre sempre do centro para a periferia da amostra. Por isso, espera-se que para um determinado ciclo térmico de secagem, o teor de humidade retida no provete seja maior no centro do que na periferia. Observa-se mais à frente, que existe uma etapa em que o teor de humidade do centro iguala o valor na periferia do provete.

No capítulo 2 está presente como são preparadas as amostras para avaliar a perda de humidade no provete de 60 mm de diâmetro. Esta perda de humidade (% de humidade) representa a quantidade de líquido que o ciclo térmico de secagem não elimina até um determinado momento.

Aplicando o ciclo térmico de secagem, procedeu-se à divisão deste em várias etapas. Estas etapas são apresentadas na tabela 8.

Tabela 8- Valores da temperatura e tempo correspondentes às várias etapas do ciclo térmico de secagem.

	Etapa 1	Etapa 2	Etapa 3	Etapa 4	Etapa 5
Temperatura (°C)	45	60	75	80	80
Tempo (min)	120	180	240	315	1260

A tabela 9 representa os resultados obtidos da % de humidade obtida em provetes sujeitos a uma pressão de compressão de 17,68 N/mm².

Tabela 9- Valores obtidos da % de humidade em provetes sujeitos a um ciclo térmico de secagem na Etapa 1.

Distância à periferia da amostra (mm)	Massa da amostra após ciclo de secagem (g)	Massa da amostra após secagem completa (g)	% Humidade
4,6	2,4306	2,4091	0,88
6,4	3,3498	3,3189	0,92
14,8	2,8926	2,8442	1,67
18	2,7314	2,6885	1,57
23,8	1,8574	1,8233	1,84
27,9	2,4665	2,4261	1,64

Como é notório, os valores da % de humidade obtida no centro do provete é superior à % de humidade obtida na periferia. Para compreender melhor o significado destes valores segue-se a representação gráfica da evolução da % de humidade na peça após a Etapa 1 do ciclo térmico de secagem.

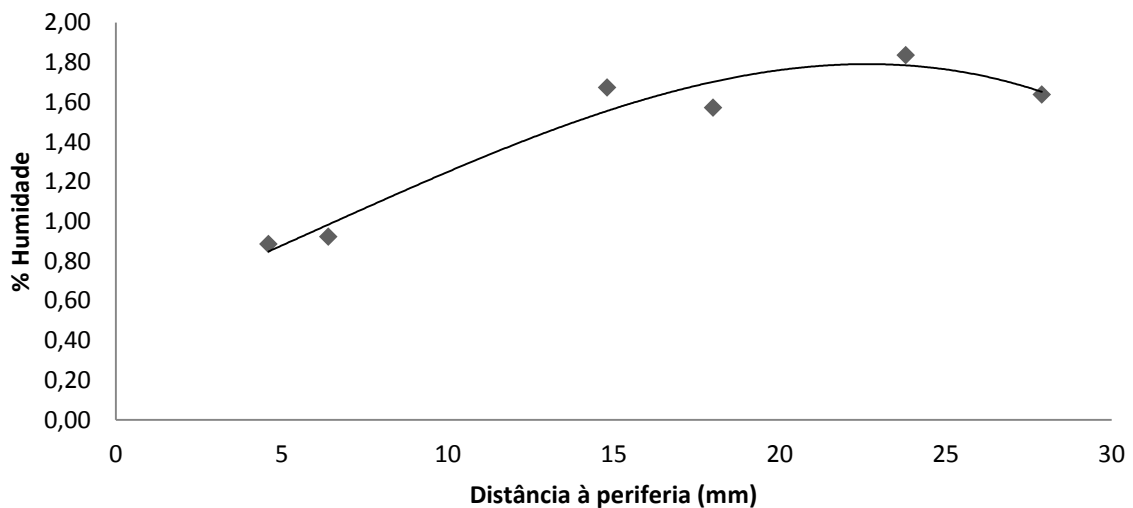


Figura 31- Evolução do teor de humidade na peça, em função da distância à periferia, para a Etapa 1 do ciclo térmico de secagem (demora 120 minutos a chegar a 45°C).

Através da figura 31 verifica-se que existe uma tendência de subida dos valores da % de humidade da periferia ao centro da amostra. Na periferia, obtém-se 0,88% de humidade culminando num pico de 1,84% de humidade no centro da peça. Corresponde a uma perda de humidade na periferia de aproximadamente de 1%. Dá uma velocidade de evaporação de 0,5%/hora.

Estes valores vão de acordo com o modelo apresentado, sabendo que o líquido desloca-se através dos poros e nesta etapa do ciclo térmico ainda não foi dado tempo

suficiente para o transporte de massa até à superfície do provete. O teor de humidade na zona central da amostra deverá corresponder ao valor inicial após prensagem.

Com o manuseamento e análise visual do provete nesta etapa do ciclo térmico de secagem, verificou-se que este se desfazia com facilidade, apresentando-se muito húmido. O corte das amostras centrais revelou-se uma tarefa complicada. Nesta etapa, as amostras obtidas não possuíam uma geometria cúbica visto não existir uma sustentabilidade suficientemente elevada para que estas não se desfaçam. Com isto, as amostras retiradas, particularmente da zona central, não tinham forma definida (desfaziam-se em pó).

Foi também registado a variação geométrica e de massa global do provete. A tabela 10 apresenta os valores obtidos.

Tabela 10- Variação geométrica e de massa no provete na Etapa 1 do ciclo térmico de secagem.

	Inicial	Final	Δ	Variação em %
Diâmetro (mm)	60	60,25	0,025	0,42
Altura (mm)	49,01	49,40	0,039	0,80
Massa (g)	318,09	315,4	-2,69	-0,85

Na Etapa 1 do ciclo térmico de secagem pode-se concluir que ocorre uma variação pouco significativa da geometria do provete. Esta variação (positiva) pode estar relacionada com a relaxação de tensões aplicadas durante a etapa de conformação do provete.

Relativamente à massa global do provete, ocorre uma diminuição. É um valor esperado visto ocorrer perda de líquido, que resulta numa perda de massa do provete.

Foi calculada a densidade em verde (após a etapa de conformação) e a densidade após a secagem. Os resultados apresentam-se em seguida.

- Densidade em verde- $2,29 \text{ g/cm}^3$
- Densidade após secagem- $2,24 \text{ g/cm}^3$

Como se observa, os valores das densidades estão muito próximos. No entanto, a densidade após a secagem apresenta um valor mais baixo. Isto está relacionado com o pequeno aumento da geometria do provete e diminuição da massa. Estes valores não apresentam variações consideráveis.

Em seguida apresentam-se os resultados obtidos para a etapa 3 (tempo: 240 min.; temperatura: 75°C), que corresponde ao final da fase de aquecimento antes do estágio.

Tabela 11- Valores da % de humidade na Etapa 3 do ciclo térmico de secagem.

Distância à periferia da amostra (mm)	Massa da amostra após ciclo de secagem (g)	Massa da amostra após secagem completa (g)	% Humidade
3,8	3,8	1,4511	0,46
4,2	4,2	1,5949	0,44
12,1	12,1	1,3958	0,54
12,2	12,2	1,7189	0,58
20,4	20,4	1,362	0,91
24,1	24,1	1,1555	1,10
28,4	28,4	1,6417	1,13

Os valores apresentados são relativamente mais baixos que os valores obtidos para a Etapa 1, acima mencionados devido a existir mais tempo para que o líquido se evapore. Em seguida apresenta-se estes valores representados num gráfico.

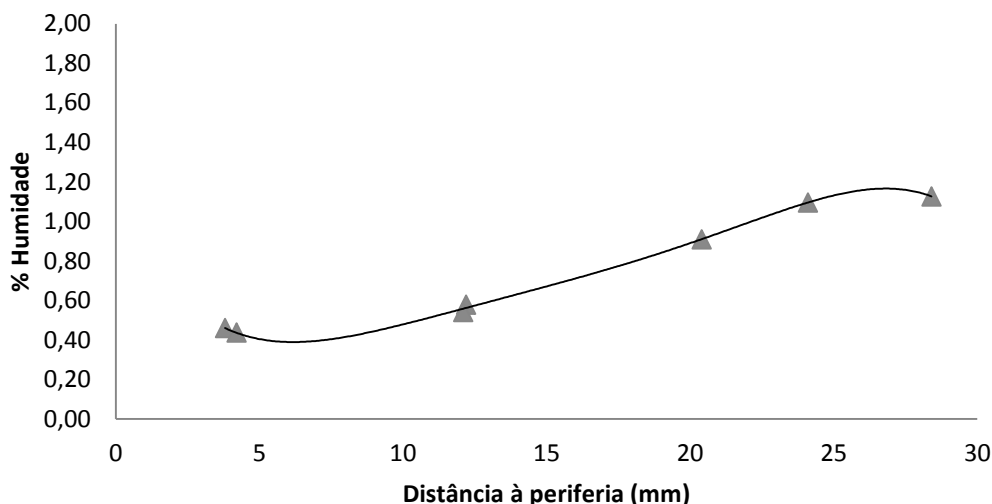


Figura 32- Evolução do teor de humidade na peça, em função da distância à periferia, para a Etapa 3 do ciclo térmico de secagem (demora 240 minutos a chegar a 75°C).

Os valores obtidos na periferia do provete são relativamente mais baixos, 0,44% de humidade, comparativamente com os valores da Etapa 1 do ciclo térmico de secagem, 0,88% de humidade. O mesmo se verifica para os valores obtidos no centro, 1,13% de humidade comparativamente com 1,84% de humidade, Etapa 3 e Etapa 1 respetivamente. São valores esperados, visto que a temperatura do provete seja superior, permitindo que o transporte de líquido do centro para a periferia seja mais eficaz.

É também notório que, a % de humidade até cerca de 12 mm da periferia é muito próxima ao valor da % de humidade obtida na periferia da amostra. Isto revela que, a zona mais seca se vai expandindo ao longo do ciclo térmico de secagem.

Relativamente à perceção pessoal, foi notório que um provete retirado na Etapa 3 do ciclo térmico está mais seco, o que leva a um manuseamento mais fácil, quando comparado com o provete retirado na Etapa 1. O corte das amostras centrais foi mais fácil, no entanto aquando deste corte ainda se podia perceber que a humidade retida ainda era grande. Neste caso, o corte das amostras na periferia já podia ser feito em cubos mas as amostras mais centrais ainda se desfaziam.

Tabela 12-- Variação geométrica e de massa no provete na Etapa 3 do ciclo térmico de secagem em provetes de 60 mm.

	Inicial	Final	Variação	Variação em %
Diâmetro (mm)	60	60,2	0,02	0,33
Altura (mm)	48,95	49,15	0,02	0,41
Massa (g)	317,71	312,59	-5,12	-1,61

A alteração da geometria segue os mesmos princípios mencionados anteriormente.

A variação da massa é superior ao registado na Etapa 1 do ciclo térmico de secagem, 1,61% para a Etapa 3 vs. 0,85% para a Etapa 1 do ciclo térmico de secagem. Isto é possível devido á Etapa 3 ser uma etapa com um ciclo térmico de secagem mais longo, permitindo uma maior evaporação do líquido contido no provete.

Os valores das densidades obtidas foram:

- Densidade em verde- 2,29 g/cm³
- Densidade após secagem- 2,20 g/cm³

São valores esperados visto que, o provete teve um aumento da geometria.

Em seguida, apresenta-se todos os resultados obtidos para o ciclo térmico da secagem realizada.

Mais uma vez é relevante apresentar as etapas em que o ciclo térmico de secagem foi dividido devido a facilitar a leitura.

Tabela 13- Valores da temperatura e tempo correspondentes às várias etapas do ciclo térmico de secagem.

	Etapa 1	Etapa 2	Etapa 3	Etapa 4	Etapa 5
Temperatura (°C)	45	60	75	80	80
Tempo (min)	120	180	240	315	1260

A figura 33 mostra os resultados obtidos para os diferentes tempos intermédios de secagem testados.

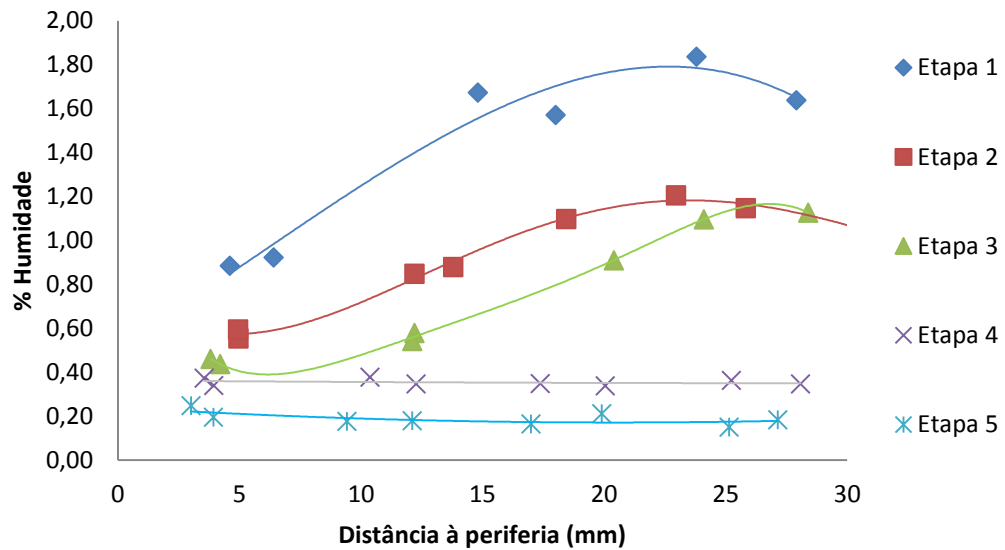


Figura 33- Evolução da % de humidade ao longo do ciclo térmico de secagem em provetes de 60 mm sujeitos a uma tensão de 17,68 N/mm².

Através da análise da figura 33, pode-se concluir que a % de humidade inicial da peça é de aproximadamente 1,8% e que esta diminui à medida que o ciclo térmico progride. A secagem ocorre em duas etapas:

- Secagem da periferia da peça com transporte da humidade a partir do centro;
- Secagem com teor de humidade muito próximas entre o centro e a periferia da amostra.

Até à Etapa 3 a % de humidade na periferia é sempre inferior à percentagem de humidade no centro do provete.

No entanto, na Etapa 4 do ciclo térmico nota-se que há uma estabilização do teor de humidade retido no provete. Nesta etapa, o provete ultrapassou a fase crítica de secagem, com variação dimensional, existindo apenas uma quantidade residual de humidade presente.

Nota-se também, que a % de humidade na periferia na Etapa 3 é muito próxima da % de humidade na Etapa 4. Desta forma, pode-se concluir que no provete, na Etapa 3, está seco na periferia (foi eliminada a humidade correspondente à temperatura máxima de aquecimento do ciclo térmico – 80°C) faltando eliminar o líquido presente no centro da amostra.

Na Etapa 5 do ciclo térmico de secagem é possível verificar que a % de humidade é menor que na Etapa 4 do ciclo térmico da secagem. Notou-se que os provetes na Etapa 4 já apresentavam uma resistência mecânica semelhante aos provetes da Etapa 5, não existindo nenhuma dificuldade de transporte do provete nem do corte das amostras, desta forma conclui-se que a pequena variação de humidade não é relevante para a estabilidade mecânica do provete.

Em seguida apresentam-se os resultados da variação em % dos valores obtidos para o diâmetro, altura e massa total dos provetes. Estes valores representam os valores globais dos provetes antes de serem cortados em amostras. É importante referir que existe uma perda de massa nos provetes quando realizado o ciclo térmico de secagem, por isso, os valores da variação são negativos. No entanto, estes valores são apresentados como positivos.

Tabela 14- Variação (%) do diâmetro, da altura e da massa ao longo do ciclo térmico de secagem em provetes de 60 mm.

	Etapa 1	Etapa 2	Etapa 3	Etapa 4	Etapa 5
Variação do diâmetro (%)	0,42	0,5	0,33	0,45	0,33
Variação da altura (%)	0,80	0,41	0,41	0,20	0,10
Variação da massa (%)	0,85	1,25	1,61	1,63	1,81

Para uma melhor compreensão a representação gráfica é aconselhada.

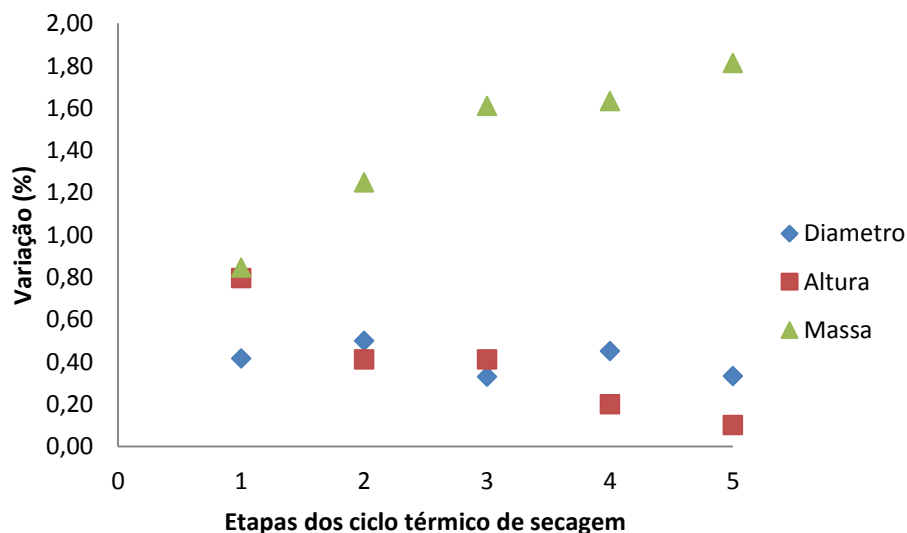


Figura 34- Variação da massa, diâmetro e altura dos provetes com 60 mm de diâmetro ao longo das várias Etapas do ciclo térmico de secagem.

Como se pode observar a variação do diâmetro mantém-se de forma regular ao longo do ciclo térmico. O ponto mais baixo é o da Etapa 5, significando que nesta etapa

o valor do diâmetro é praticamente o diâmetro inicial. Relativamente à variação da altura dos provetes, observa-se que existe uma tendência de descida. No início do ciclo térmico ocorre uma enorme diferença entre a altura inicial e a final, isto pode retratar um alívio de tensões originadas na conformação do provete. No fim do ciclo térmico de secagem (Etapa 5) o provete toma valores muito próximos do valor inicial levando a crer que o líquido localizado nos poros ocupa algum espaço e que quando evaporado existe uma contração do provete levando a uma diminuição da altura.

A perda de massa tem um comportamento esperado visto que à medida que o ciclo térmico progride existe mais tempo para o transporte de massa a partir do centro de amostra. Quanto mais líquido é eliminado menor peso vai apresentar os provetes.

3.2- Evolução da secagem do centro até à periferia da amostra: provetes com Ø 100 mm vs. Ø 60 mm

Para aprofundar o estudo do ciclo térmico de secagem foi pedido à empresa em colaboração que fizesse provetes com tamanhos superiores dos produzidos no laboratório (60 mm de diâmetro), pois não existia a capacidade de produção de provetes de tamanhos superiores no laboratório. A empresa produziu provetes com 100 mm de, enviando um total de 7 provetes o que permitiu aumentar o número de etapas do ciclo térmico de secagem. Para uma melhor compreensão etapas utilizadas no ciclo térmico a nomenclatura foi alterada para letras (em vez de números), como se apresenta na tabela 15.

Tabela 15- Valores da temperatura e tempo correspondentes às várias etapas do ciclo térmico de secagem em provetes de 100 mm.

	Etapa A	Etapa B	Etapa C	Etapa D	Etapa E	Etapa F	Etapa G
Temperatura (°C)	45	60	75	80	80	80	80
Tempo (min)	120	180	240	315	380	440	1440

A figura 35 representa a comparação entre o ciclo térmico de secagem dos provetes com 60 mm (produzidos em laboratório) com os provetes de 100 mm (produzidos na empresa). Serão comparados apenas as etapas mencionados individualmente para o estudo do ciclo térmico da secagem nos provetes de 60 mm.

Em seguida apresenta-se os resultados da primeira etapa do ciclo térmico de secagem dos provetes produzidos na empresa e no laboratório.

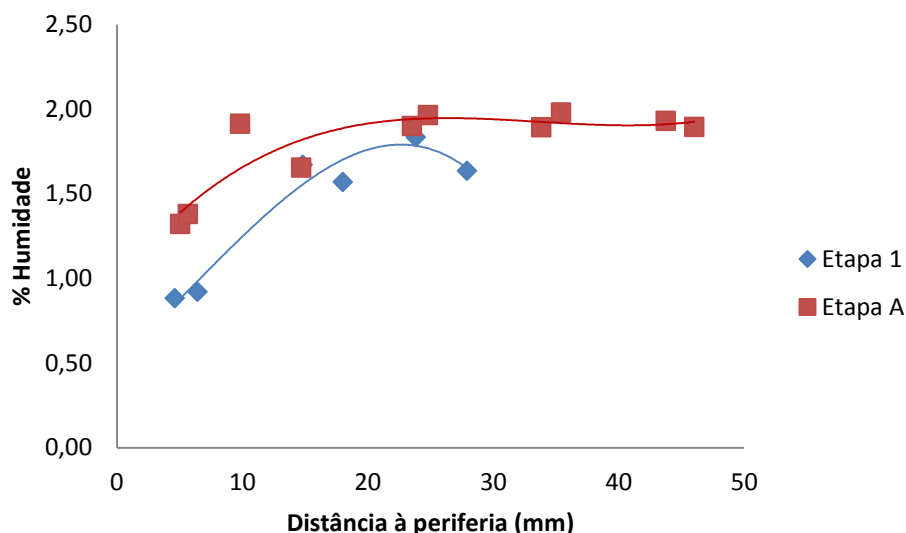


Figura 35- Comparação entre a % de humidade dos provetes de 60 mm e 100 mm no início do ciclo térmico de secagem (demora 120 minutos a atingir 45°C).

Em seguida apresenta-se os resultados obtidos para as etapas intermédias do ciclo térmico de secagem.

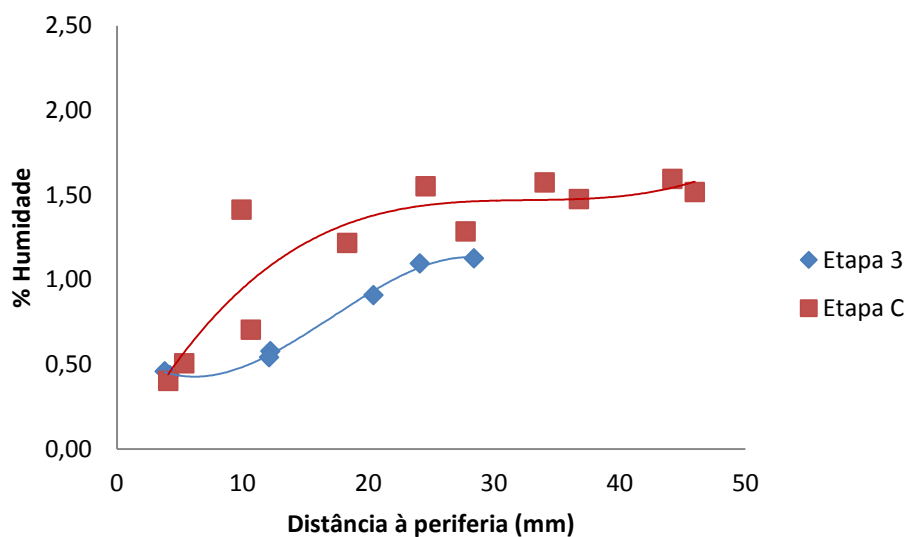


Figura 36- Comparação entre a % de humidade dos provetes de 60 mm e 100 mm na Etapa imediatamente antes do estágio isotérmico (demora 240 minutos a atingir 75°C).

Estes resultados seguem a lógica dos resultados obtidos para a primeira etapa do ciclo térmico de secagem nos provetes com $\varnothing 60$ mm. Nos provetes de $\varnothing 100$ mm como a distância do centro para a periferia é maior, é necessário mais tempo para que os provetes com $\varnothing 100$ mm atinjam valores de humidade iguais aos provetes de $\varnothing 60$ mm. Nesta etapa, já existe uma semelhança de resultados para a periferia dos provetes. No

entanto, para o provete de 60 mm (azul) os pontos seguintes à periferia são muito próximos o que não se revela no provete de 100 mm (vermelho). Daqui pode-se concluir que não ocorre uma progressão da zona seca nos provetes de 100 mm como ocorre nos provetes de 60 mm.

Em seguida apresenta-se os resultados do estudo da secagem para a Etapa 4 e Etapa D.

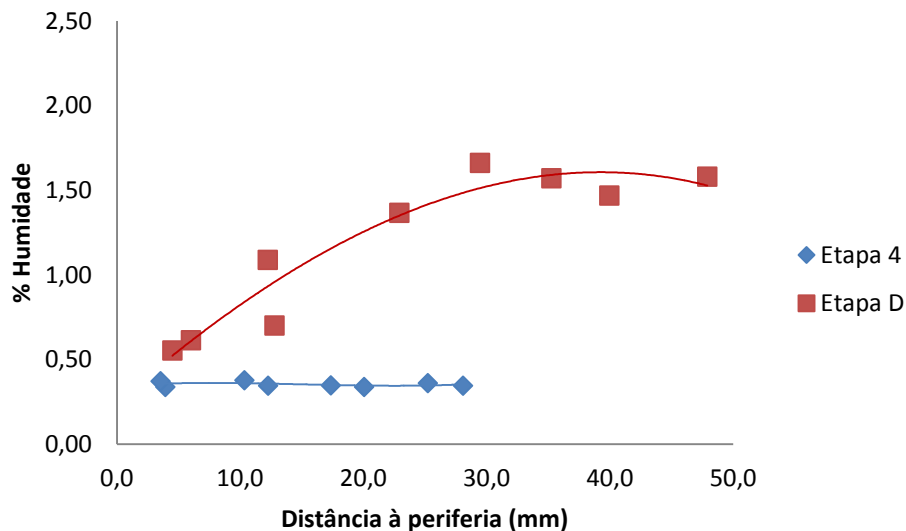


Figura 37- Comparação entre a % de humidade dos provetes de 60 mm e 100 mm para uma secagem de 315 minutos com provetes a atingir 80°C

Neste caso, os resultados são completamente díspares. Para os provetes de 60 mm (azul) considera-se que está homogéneo e para os provetes de 100 mm (vermelho) os resultados demonstram que o provete apresenta uma grande quantidade de líquido. Com este resultado pode-se dizer que a secagem com mós de diâmetro igual ou inferiores a 60 mm na Etapa 4 do ciclo térmico de secagem estão homogeneamente “secas”, o mesmo não se verifica se o diâmetro aumentar para 100 mm.

Apresenta-se na figura 38 todos os resultados obtidos para provetes de 100 mm.

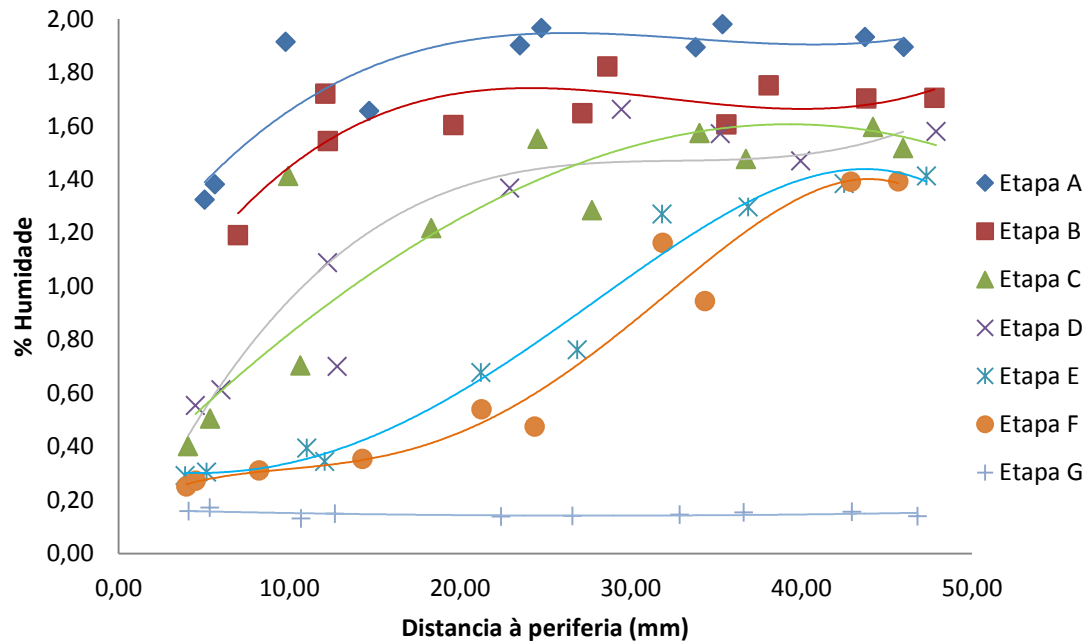


Figura 38- Evolução da % de humidade do centro para a periferia dos provetes ao longo do ciclo térmico de secagem em provetes de 100 mm.

Como se pode observar à medida que o ciclo térmico de secagem avança a % de humidade vai diminuindo. Resultado comprovado com o ciclo de secagem realizado anteriormente. Para os provetes de 60 mm podia-se observar que estes estavam secos na Etapa 4 (que equivale à Etapa D destes provetes), o mesmo não se verifica neste caso. Os provetes só são considerados secos quando atingem o ciclo térmico de secagem mais longo. É um resultado esperado visto que, estes provetes sendo maiores logo contém mais aditivo líquido.

A variação das medidas não serão apresentadas porque os provetes não foram produzidos na Universidade do Minho e não se teve acesso aos valores iniciais destes (logo após a conformação dos provetes).

3.3- Influência da pressão de compressão aplicada na etapa de conformação dos provetes no processo de secagem

Neste subcapítulo serão apresentados os resultados da % de humidade obtida quando alterada a pressão de compressão nos provetes na durante a conformação em provetes com 60 mm de diâmetro.

As restantes condições de processamento dos provetes e as etapas do ciclo térmico de secagem foram iguais.

Para o estudo da variação da pressão na etapa de conformação recorreu-se novamente à divisão do ciclo térmico em várias etapas. De forma a facilitar a leitura apresentam-se novamente as diferentes etapas do ciclo térmico.

Tabela 16- Valores da temperatura e tempo correspondentes às várias etapas do ciclo térmico de secagem em provetes de 60 mm.

	Etapa 1	Etapa 2	Etapa 3	Etapa 4	Etapa 5
Temperatura (°C)	45	60	75	80	80
Tempo (min)	120	180	240	315	1260

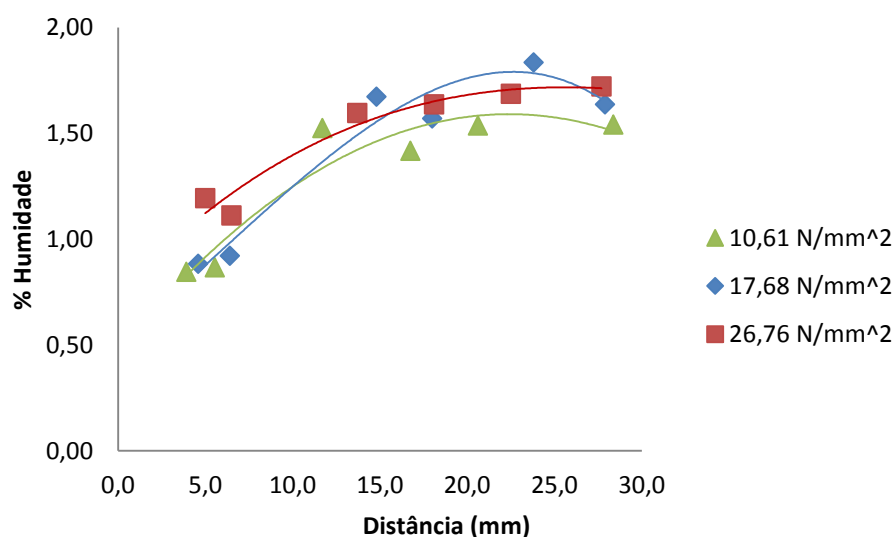


Figura 39- Comparação da % de humidade em provetes demoram 120 minutos a atingir 45°C (Etapa 1) quando sujeitos a diferentes pressões na conformação.

Nesta etapa do ciclo térmico de secagem os valores apresentados são muito semelhantes ao longo do provete. Neste caso pode-se afirmar que a pressão aplicada durante a etapa de conformação não tem influência significativa no processo de progressão inicial da secagem, em termos de transporte de massa para a periferia, ao longo do provete.

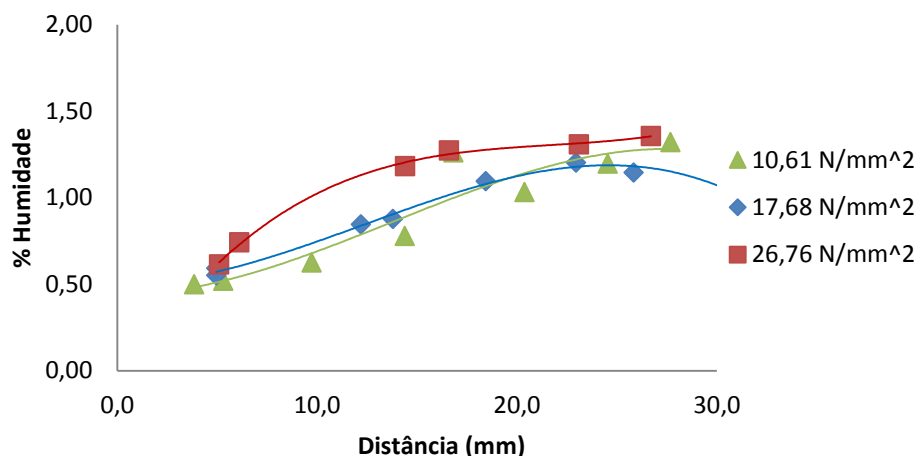


Figura 40- Comparação da % de humidade em provetes demoram 180 minutos a atingir 60°C (Etapa 2) quando sujeitos a diferentes pressões na conformação.

Na Etapa 2 do ciclo térmico da secagem o valor da humidade retida no interior dos provetes é semelhante. No entanto já começa a existir uma diferenciação dos provetes prensados a 26,76 N/mm² principalmente para os pontos intermédios.

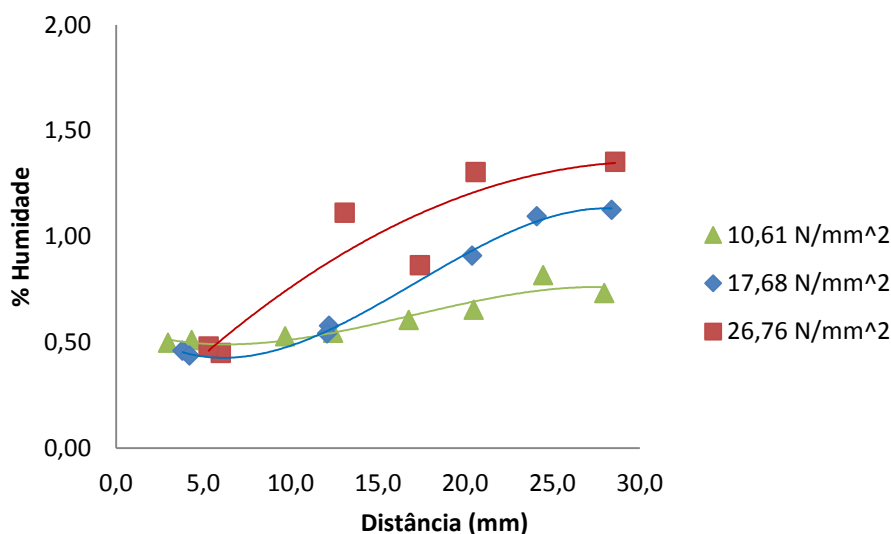


Figura 41- Comparação da % de humidade em provetes demoram 240 minutos a atingir 75°C (Etapa 3) quando sujeitos a diferentes pressões na conformação.

À medida que o ciclo térmico de secagem vai progredindo, Etapa 3, começa a existir uma diferenciação da % de humidade retida nos provetes prensados com as diferentes tensões de compressão. A % de humidade no provete prensado a 26,76

N/mm² é superior (1,35 %), seguindo-se o provete prensado a 17,68 N/mm² (1,13 %) e a % de humidade menor é do provete prensado a 10,61 N/mm² (0,73%).

Como foi dito no capítulo 1 o líquido contido dentro de um corpo cerâmico desloca-se para a periferia através dos poros. Quanto maiores esses poros mais facilmente o líquido se movimenta. Quando a tensão aplicada ao provete durante a etapa de conformação é elevada existe uma diminuição do tamanho dos poros existindo mais obstruções para o percurso que o líquido tem a fazer até à periferia. O oposto acontece quando as tensões aplicadas são menores. Por esta razão os provetes prensados a 26,76 N/mm² têm uma humidade superior aos restantes provetes e o provete prensado a 10,61 N/mm² tem um % de humidade inferior.

Destes resultados pode concluir-se que existe, numa primeira fase, essencialmente um mecanismo de secagem superficial seguido de uma segunda fase em que a secagem é controlada pela velocidade de difusão da água da zona central para a periferia da amostra. Para esta segunda fase a permeabilidade da amostra é importante o que justifica a secagem mais lenta nas amostras conformadas com pressões mais elevadas. Este efeito parece ser mais significativo na transição da carga de compressão de 17,68 para 26,76 N/mm².

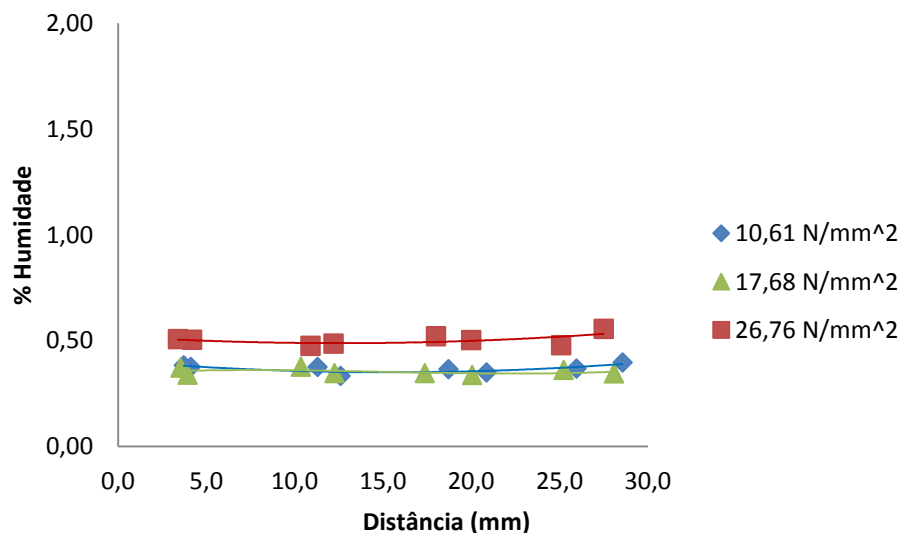


Figura 42- Comparação da % de humidade em provetes no início do estágio isotérmico, (315 minutos e saí a 80°C) Etapa 4, quando sujeitos a diferentes tensões de compressão.

No início do estágio isotérmico, Etapa 4, pode-se afirmar que os provetes prensados a 17,68 N/mm² e a 10,61 N/mm² têm um % de humidade muito próxima (0,40% e 0,35 % respetivamente). Mais elevado encontra-se o provete prensado a 26,76

N/mm² (0,56%). Nesta etapa, pode-se confirmar que os provetes sujeitos a tensões de compressão inferiores estão mais secos que o provete prensado a 26,76 N/mm².

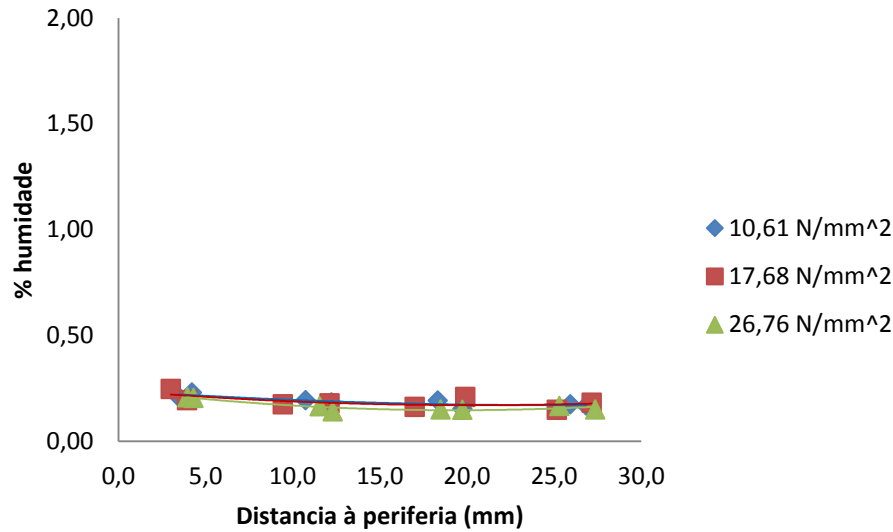


Figura 43- Comparação da % de humidade em provetes no início do estágio isotérmico, (1260 minutos e saí a 80°C) Etapa 5, quando sujeitos a diferentes tensões de compressão.

No final do ciclo térmico de secagem pode-se ver que todos os pontos são coincidentes. Pode-se concluir todos os provetes estão secos e que com um ciclo térmico de secagem completo a variação da pressão de compressão não tem influência na humidade presente nas peças.

Ao realizar este estudo, foi registado a alteração do diâmetro, altura e massa dos provetes ao longo do ciclo térmico, antes de serem cortados em amostras. Como se pode ver, ocorreu alterações nas dimensões iniciais dos provetes.

As tabelas 17, 18 e 19 relacionam as alterações geométricas e a diferença de massa quando comparadas as diferentes pressões.

Tabela 17- Variação (%) o diâmetro, altura e massa ao longo do ciclo térmico de secagem em provetes de 60 mm prensados a 26,76 N/mm².

	Etapa 1	Etapa 2	Etapa 3	Etapa 4	Etapa 5
Variação do diâmetro (%)	0,33	0,50	0,33	0,50	0,33
Variação da altura (%)	0,21	0,95	0,31	0,95	0,00
Variação da massa (%)	0,82	1,10	1,51	1,76	1,81

Tabela 18- Variação (%) o diâmetro, altura e massa ao longo do ciclo térmico de secagem em provetes de 60 mm prensados a 17,68 N/mm².

	Etapa 1	Etapa 2	Etapa 3	Etapa 4	Etapa 5
Variação do diâmetro (%)	0,42	0,5	0,5	0,45	0,33
Variação da altura (%)	0,8	0,41	0,41	0,2	0,1

Varição da massa (%)	0,85	1,25	1,25	1,63	1,81
----------------------	------	------	------	------	------

Tabela 19- Variação (%) o diâmetro, altura e massa ao longo do ciclo térmico de secagem em provetes de 60 mm prensados a 10,61 N/mm².

	Etapa 1	Etapa 2	Etapa 3	Etapa 4	Etapa 5
Varição do diâmetro (%)	0,33	0,33	0,33	0,37	0,33
Varição da altura (%)	0,10	0,39	0,29	0,00	0,00
Varição da massa (%)	0,80	1,29	1,71	1,62	1,89

Como foi dito anteriormente a alteração da geometria dos provetes está relacionada com o alívio de tensões aplicadas durante a etapa de conformação.

A figura 44 representa a perda de massa global dos provetes prensados a 26,76 N/mm², 17,68 N/mm² e 10,61 N/mm².

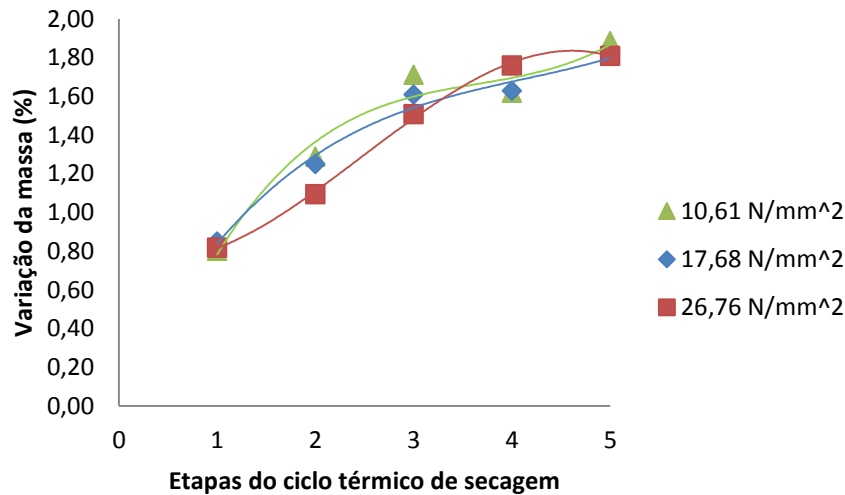


Figura 44- Perda de massa global ao longo do ciclo térmico de secagem para provetes de 60 mm sujeitos às diferentes tensões aplicadas.

Observa-se que para o provete prensado a 10,61 N/mm² a perda de massa global é maior, sendo um resultado esperado visto que a % de humidade contida no interior do provete é menor, logo existe poros menos obstruídos para o percurso que o líquido tem de fazer até à periferia.

Apesar de este estudo não reproduzir nenhuma condição laboral da empresa em colaboração, pode prevenir, através da correção do ciclo térmico de secagem, algum desvio ou erro na aplicação da pressão de compactação em mós abrasivas.

3.4- Influência da velocidade de aquecimento na qualidade da secagem em provetes com 60 mm de diâmetro

Um dos parâmetros que pode melhorar o procedimento de produção de mós abrasivas (diminuição de custos de fabrico) será a alteração do ciclo térmico de secagem, mais propriamente, a alteração da velocidade de aquecimento.

Como foi descrito no capítulo 2, a velocidade de aquecimento utilizada na empresa em colaboração é de 0,25°C/min. Então, selecionaram-se várias velocidades de aquecimento (0,25, 0,5 e 1°C/min) para secar provetes com 60 mm de diâmetro.

Este estudo vai afetar apenas a fase de aquecimento até à temperatura de estágio (80°C). Desta forma foi avaliada a % de humidade residual no provete no final do aquecimento no tempo necessário, para que cada velocidade de aquecimento atinja os 80 °C.

Como as velocidades de aquecimento aumentam, o tempo que o provete demora a chegar ao estágio isotérmico diminui. Desta forma, para os provetes com velocidade de aquecimento de 0,25°C/min o tempo é de 240 minutos, para velocidades de aquecimento de 0,5°C/min demora 120 minutos a atingir o estágio isotérmico e com velocidade de aquecimento de 1°C/min os provetes demoram 60 minutos a atingir o estágio isotérmico.

Em seguida apresentam-se os resultados das % de humidade obtidas

Tabela 20- Resultados de % de humidade obtidos para velocidade de aquecimento de 0,25°C/min na Etapa 3 do ciclo térmico de secagem.

Distância do centro até à periferia da amostra (mm)	Massa da amostra após ciclo de secagem (g)	Massa da amostra após secagem completa (g)	% Humidade
3,8	1,4578	1,4511	0,46
4,2	1,6019	1,5949	0,44
12,1	1,4034	1,3958	0,54
12,2	1,7289	1,7189	0,58
20,4	1,3745	1,362	0,91
24,1	1,1683	1,1555	1,10
28,4	1,6604	1,6417	1,13

Capítulo 3- Apresentação e discussão de resultados

Tabela 21- Resultados de % de humidade obtidos para velocidade de aquecimento de 0,5°C/min na Etapa 3 do ciclo térmico de secagem.

Distância do centro até à periferia da amostra (mm)	Massa da amostra após ciclo de secagem (g)	Massa da amostra após secagem completa (g)	% Humidade
4,5	1,8515	1,8402	0,61
6,4	2,632	2,6129	0,73
13,8	1,9968	1,9743	1,13
17,7	2,0316	2,006	1,26
23,3	1,9187	1,8924	1,37
28,1	2,2585	2,226	1,44

Tabela 22- Resultados de % de humidade obtidos para velocidade de aquecimento de 1°C/min na Etapa 3 do ciclo térmico de secagem.

Distância do centro até à periferia da amostra (mm)	Massa da amostra após ciclo de secagem (g)	Massa da amostra após secagem completa (g)	% Humidade
2,9	1,1991	1,1891	0,83
4,5	1,8452	1,8292	0,87
10,5	1,8989	1,873	1,36
12,8	1,555	1,536	1,22
19,6	1,8427	1,8177	1,36
20,9	1,7437	1,72	1,36
27,2	1,2573	1,2392	1,44
28,2	1,2652	1,2485	1,32

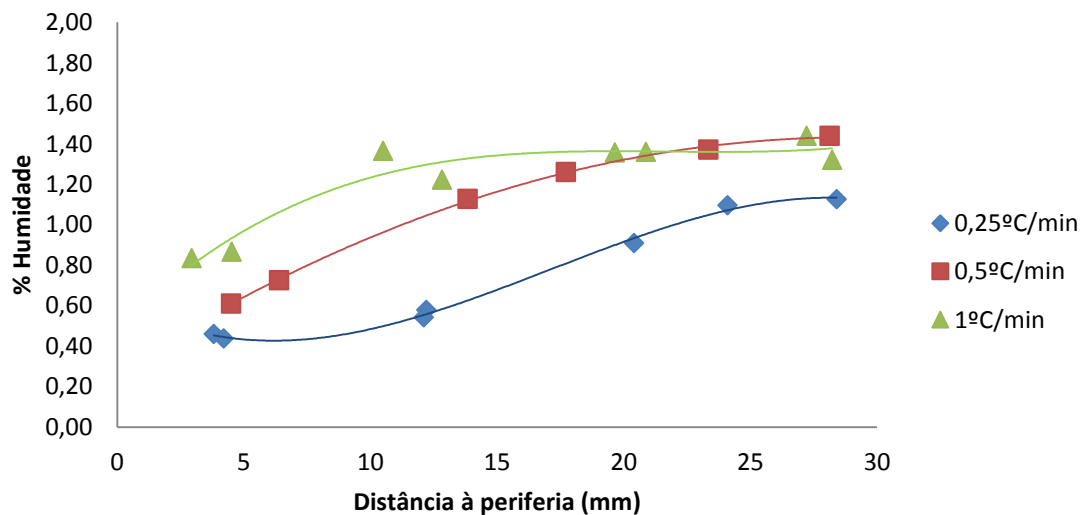


Figura 45- Comparação dos valores da % de humidade quando os provetes estão sujeitos a variações da velocidade de aquecimento até aos 80°C.

Como se pode observar quando a velocidade de aquecimento é menor, a % de humidade é menor na periferia da peça. Para velocidades de aquecimento de 1 e 0,5°C/min a % de humidade atinge valores próximos e relativamente superiores quando

a velocidade de aquecimento é de $0,25^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Isto significa que existe mais perda de líquido na periferia para provetes sujeitos a velocidades de aquecimento menores. Estes valores estão relacionados com o tempo que o provete permanece em aquecimento. Quanto mais tempo o provetes estiver a secar o transporte de massa do centro para a periferia é maior.

Quando se aumenta a velocidade de aquecimento para $0,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ verifica-se que ocorre um aumento da % de humidade contida no provete. Este aumento do teor de humidade é mais notório no interior do provete do que na periferia. Os valores da % de humidade na periferia nos provetes sujeitos a uma velocidade de aquecimento de $0,25^{\circ}\text{C}/\text{min}$ (0,46% de humidade) estão próximos dos valores alcançados na periferia dos provetes quando sujeitos a uma velocidade de aquecimento de $0,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ (0,61% de humidade).

Quando a velocidade de aquecimento aumenta para $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ verifica-se um aumento generalizado da % de humidade ao longo de todo provete. Para esta velocidade de aquecimento os valores na periferia são substancialmente superiores aos valores registados para velocidades de aquecimento mais baixas. No centro do provete a % de humidade iguala a % de humidade do provete sujeito a uma velocidade de aquecimento de $0,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

Com este estudo pode-se concluir que é possível aumentar a velocidade de aquecimento para $0,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ sem afetar sensivelmente a qualidade dos provetes. Desta forma consegue-se encurtar para metade o tempo necessário para o provete atingir o estágio isotérmico (correspondendo a uma diminuição de tempo de ciclo de 120 min.). Se for aumentada a velocidade de aquecimento para $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$, a maior quantidade de humidade presente nos pontos mais próximos da periferia pode ser problemática. A maior variação de massa, a uma maior velocidade por se ter atingido a temperatura de estágio, pode induzir a formação de fissuras internas.

Outra vertente importante de estudo é saber a influência de um choque térmico na peça.

Quando o líquido presente num provete desloca-se para a periferia muito rapidamente, poderá ocorrer fissuração das peças. Isto deve-se a tensões originadas no interior, provocadas pela retração rápida do provete.

Para realizar este estudo, os provetes foram colocados na estufa diretamente a 110°C e a 130°C , e com posterior tempo de estágio de 120 minutos.

Os resultados da % de humidade residual foram os seguintes:

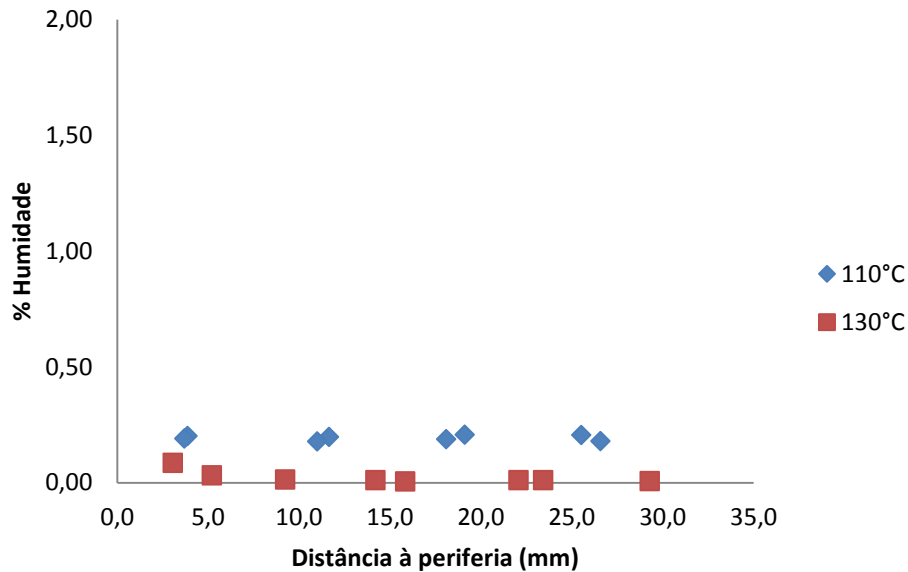


Figura 46- Comparação dos valores obtidos para a % de umidade em provetes colocados na estufa diretamente a 110°C e a 130°C.

Para o provete colocado a 110°C os valores da % de umidade são semelhantes aos atingidos no final do ciclo térmico estudado anteriormente (Etapa 5 para provetes com 60mm de diâmetro). Para o provete colocado a 130°C obtém-se % de umidade menores quando comparados com a Etapa 5 do ciclo térmico dos provetes com 60 mm de diâmetro.

Em ambos os provetes não se registou, visualmente, a formação de nenhuma fissura superficial.

Em seguida os provetes foram cortados para tentar observar alguma fissura presente no centro da peça. Verificou-se que não se formou nenhuma fissura perceptível a olho nu. No entanto, podem existir microfissuras impercetíveis. Estas fissuras só devem ficar notórias após a sinterização dos provetes (estudo não realizado).

Com este estudo também foi possível determinar a quantidade de umidade global presente num provete. Sabendo a massa inicial e a massa final do provete colocado diretamente a 130°C, obteve-se uma diferença de massa de 2%.

3.5- Evolução da secagem em provetes com altura variável e com 60 mm de diâmetro

Nesta parte do trabalho foi realizado o estudo da % de umidade perdida para provetes com diferentes geometrias. Enquanto os estudos anteriores evidenciavam a %

de humidade da periferia para o centro do provete. Este estudo determina a % de humidade global em provetes de geometrias diferentes. Os provetes preparados têm um diâmetro de 60 mm, a altura dos provetes foi variável, entre 10, 20, 30 e 50 mm. A figura 47 mostra os provetes conformados.

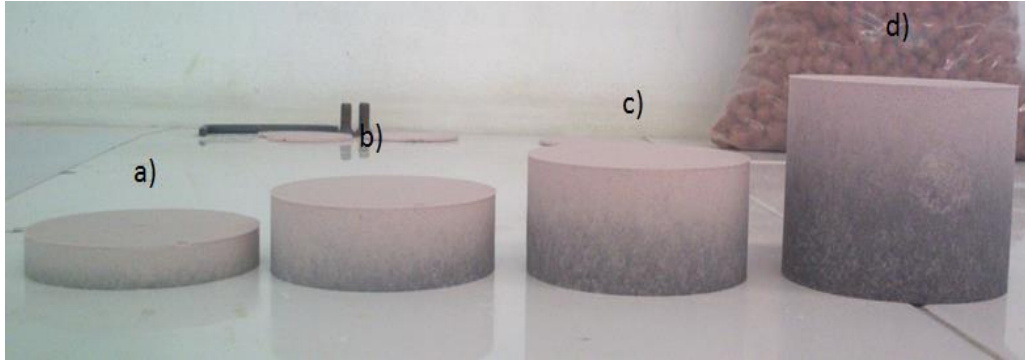


Figura 47- Provetes conformados com 62 mm de diâmetro e a) 10 mm, b) 20 mm, c) 30 mm e d) 50 mm de altura.

Para realizar este estudo o ciclo térmico de secagem foi dividido nas mesmas etapas dos estudos anteriores. Para facilitar a leitura as etapas serão novamente apresentados na tabela 23.

Tabela 23- Valores da temperatura e tempo correspondentes às várias etapas do ciclo térmico de secagem em provetes de 60 mm..

	Etapas 1	Etapas 2	Etapas 3	Etapas 4	Etapas 5
Temperatura (°C)	45	60	75	80	80
Tempo (min)	120	180	240	315	1260

Mas neste caso, como a temperatura ambiente estava muito elevada não foi possível partir dos 20°C. E os tempos de ciclo foram ajustados à temperatura ambiente considerando a temperatura inicial de 35°C.

A tabela 24 mostra os valores da % de humidade obtidos ao longo do ciclo térmico de secagem.

Tabela 24- % de humidade obtida ao longo do ciclo térmico de secagem para provetes com diferentes geometrias.

	% Humidade				
Altura	Etapas 1	Etapas 2	Etapas 3	Etapas 4	Etapas 5
10	0,68	0,35	0,21	0,16	0,03
20	0,93	0,66	0,29	0,16	0,07
30	1,07	0,81	0,45	0,19	0,06
50	1,05	0,79	0,48	0,20	0,03

Para melhor compreensão destes resultados a representação gráfica é essencial.

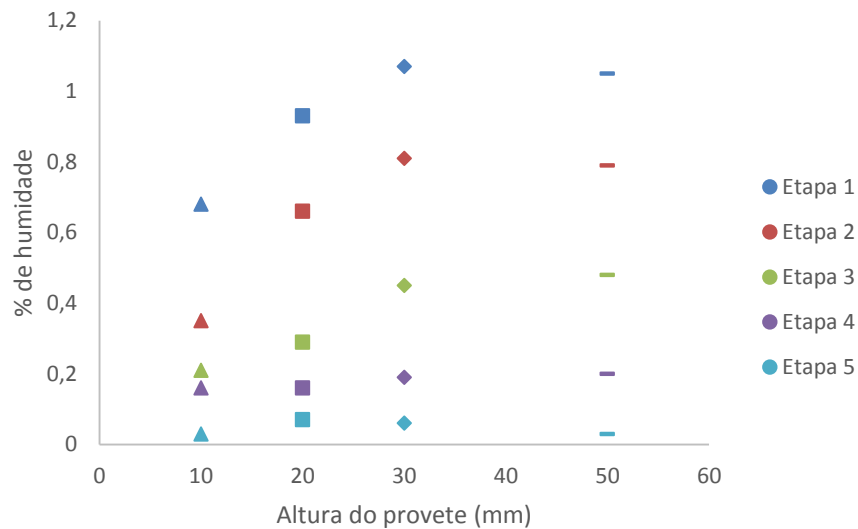


Figura 48- Variação da % de humidade com a altura do provete ao longo do ciclo térmico de secagem.

Quando se aumenta a altura dos provetes o percurso que o líquido tem de fazer até a periferia aumenta. Devido a este facto os provetes de 10 mm de altura apresentam valores relativamente baixos de % de humidade na etapa inicial do ciclo térmico. Para estes provetes, à medida que o ciclo térmico de secagem progride a % de humidade vai diminuir gradualmente, é um processo normal visto que permanece mais tempo e a temperaturas mais elevadas que as iniciais. Isto repete-se para os restantes provetes.

Quando a altura dos provetes aumenta, a % de humidade também aumenta até aos 30 mm de altura. Os provetes com 50 mm de altura apresentam uma % de humidade próxima dos provetes com 30 mm de altura. Os provetes com 30 mm de altura têm um teor de humidade muito próximo dos provetes com 50 mm de altura. Isto significa, que o deslocamento do líquido, contido no centro dos provetes ocorre em tempos semelhantes para estas alturas.

Nota-se que os provetes com 10 e 20 mm de altura tem um teor de humidade relativamente baixo na Etapa 3. Isto leva a crer que provetes com esta geometria já se apresentam secos nesta etapa do ciclo térmico.

A partir da Etapa 4 ocorre uma estabilização da % de humidade podendo-se afirmar que neste patamar os provetes estão prontos para serem levados para a etapa seguinte da secagem.

3.6- Modelação de resultados para provetes com 60 mm de diâmetro

Nesta etapa do trabalho relaciona-se a modelação dos resultados obtidos anteriormente. O objetivo da modelação é encontrar uma relação entre a geometria dos provetes e tempo de ciclo térmico de secagem de forma a encontrar um valor da % de humidade ao longo do provete. Para realizar a modelação foi utilizada a função “regressão” do Excel.

É importante referir que para produzir um modelo forte pensou-se em vez de ter um modelo global, o modelo por partes era a melhor possibilidade. Então desenvolveu-se um modelo para as etapas antes do estágio isotérmico e um modelo para etapas no estágio isotérmico.

3.6.1- Modelação dos resultados obtidos em provetes com 60 mm de diâmetro sujeitos a uma pressão de 17,68 N/mm².

Antes de apresentar os resultados, segue-se uma avaliação do R-quadrado nas diferentes etapas do ciclo térmico para amostras com 60 mm de diâmetro prensadas a 17,68 N/mm².

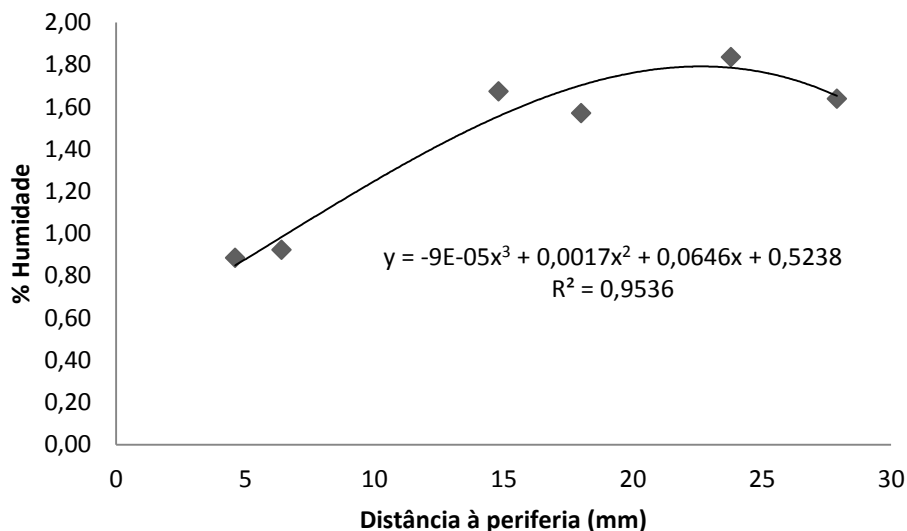


Figura 49- Valor do R-quadrado na Etapa 1 do ciclo térmico de secagem.

Como se verifica o valor de R-quadrado está muito próximo de 1. O que se pressupõe que é possível estabelecer uma correlação entre as variáveis em estudo.

O mesmo se verificou para as outras etapas do ciclo térmico de secagem. O quadro seguinte demonstra isso mesmo.

Tabela 25- Valores obtidos do R-quadrado nas diversas Etapas do ciclo térmico de secagem.

Etapas do ciclo térmico de secagem	Tempo de secagem (t)	R-quadrado
1	120	0,95
2	180	0,99
3	240	0,99
4	315	1
5	1260	1

Desta forma sabe-se que para cada etapa a relação entre a distância à periferia e a % de humidade obtida é forte.

Inicialmente os modelos foram construídos, no Excel, recorrendo apenas aos valores da distância da periferia ao centro e do tempo de secagem. Estes modelos revelaram-se muito pouco fortes, principalmente para as etapas antes do estágio isotérmico. Com isto, verificou-se que quando são adicionados novos fatores os modelos desenvolvidos tornam-se mais viáveis. Desta forma adicionou-se dois novos fatores: (1) a distância ao quadrado (d^2) e (2) o tempo ao quadrado (t^2).

Os valores utilizados para a construção do modelo são apresentados no anexo I, tabelas 1, 2 e 3.

$$\% \text{ humidade} = 2,89 + 0,068d - 0,024t - 0,001d^2 + (5,27E - 5)t^2$$

$$r^2 = 0,93$$

Onde:

t – tempo de secagem (min);

d – distância à periferia do provete (mm)

Aplicando esta equação obteve-se os seguintes resultados.

Tabela 26- Percentagem de humidade obtida quando aplicado o modelo mencionado (% humidade-M) na Etapa 1 do ciclo térmico de secagem.

d (mm)	t (min)	% Humidade	% Humidade-M	Δ
4,6	120	0,88	1,01	0,13
6,4	120	0,92	1,11	0,19
14,8	120	1,67	1,47	-0,2
18	120	1,57	1,56	-0,01
23,8	120	1,84	1,67	-0,17
27,9	120	1,64	1,70	0,06

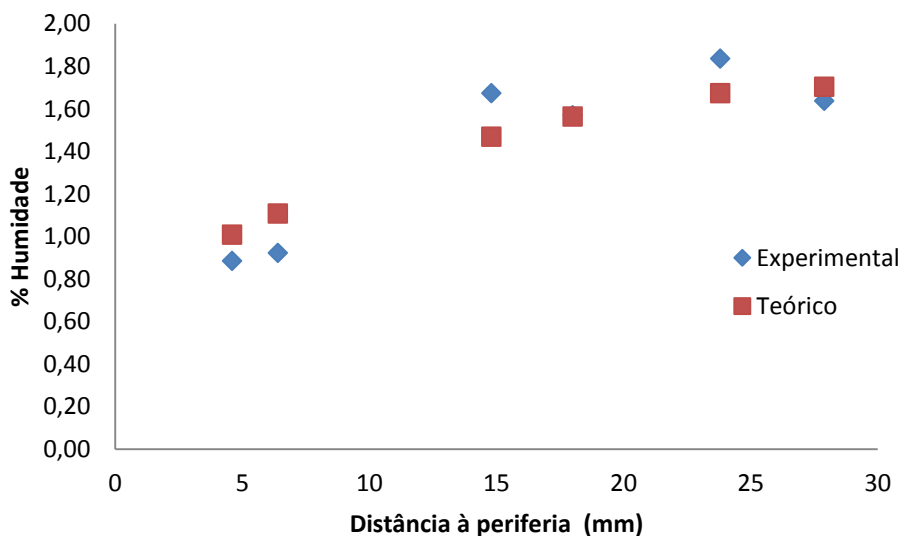


Figura 50- Comparação entre os valores da % de humidade obtida experimentalmente com os valores obtidos pelo modelo desenvolvido na Etapa 1 do ciclo térmico.

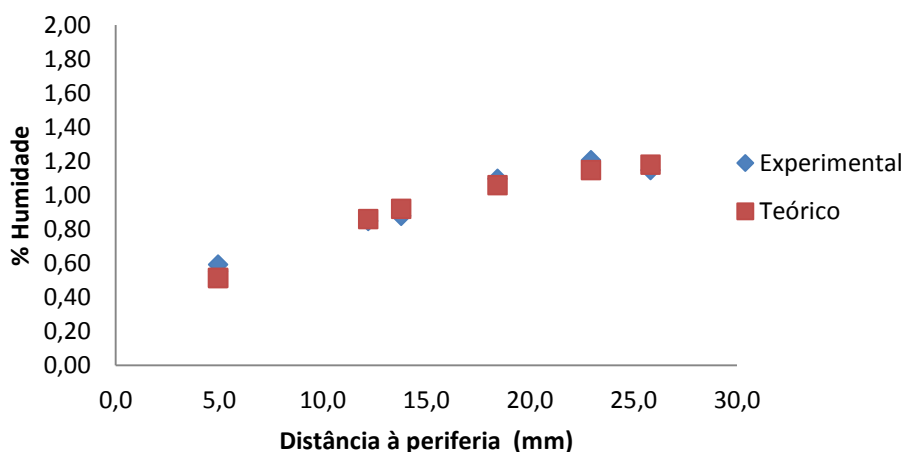


Figura 51- Comparação entre os valores da % de humidade obtida experimentalmente com os valores obtidos pelo modelo desenvolvido na Etapa 2 do ciclo térmico.

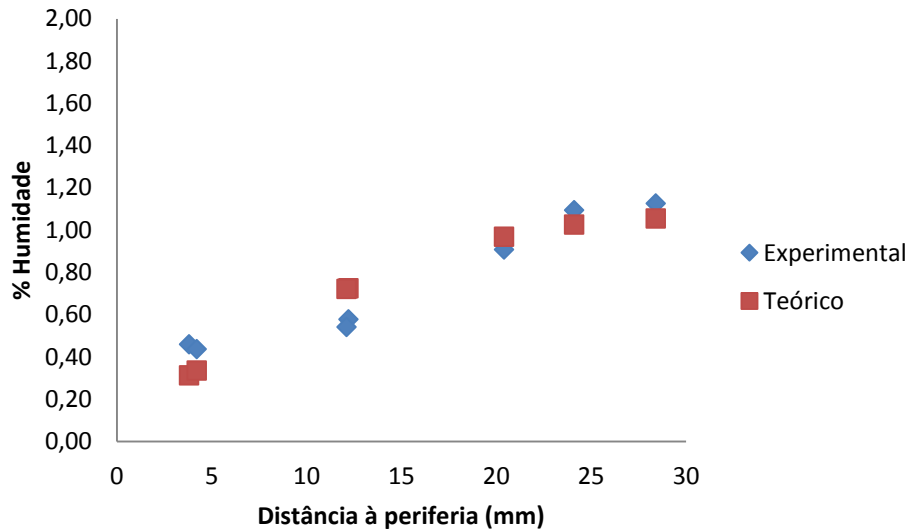


Figura 52-- Comparação entre os valores da % de humidade obtida experimentalmente com os valores obtidos pelo modelo desenvolvido na Etapa 3 do ciclo térmico.

Como se pode observar no modelo desenvolvido os valores teóricos estão muito próximo dos obtidos experimentalmente, apesar do valor de R-quadrado não ser tão elevado como era o espectável.

Pode-se considerar que o modelo desenvolvido é fiável para provetes com diâmetro de 60 mm.

Em seguida desenvolveu-se um modelo matemático para as etapas no estágio isotérmico (Etapa 4 e Etapa 5). Aqui não foi considerado a d^2 e t^2 visto que o valor de R-quadrado já era suficientemente elevado e a inclusão desses dois pontos não traria nenhum benefício.

Os valores utilizados para a construção deste modelo são apresentados no anexo I tabelas 4 e 5.

Utilizando os valores referenciados nas tabelas obteve-se a seguinte relação:

$$\% \text{ Humidade} = 0,43 - 0,001d - 0,0002t \quad r^2 = 0,95$$

Aplicando esta equação obteve-se os seguintes resultados.

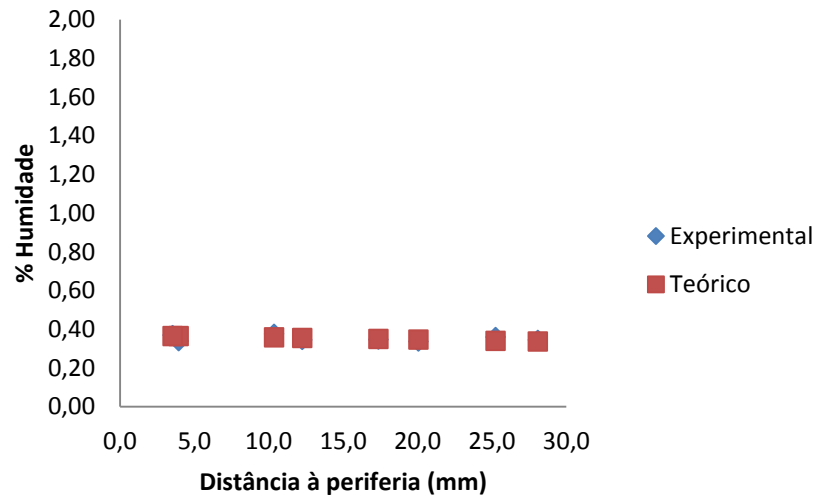


Figura 53- Comparação entre os valores da % de humidade obtida experimentalmente com os valores obtidos pelo modelo desenvolvido na Etapa 4 do ciclo térmico.

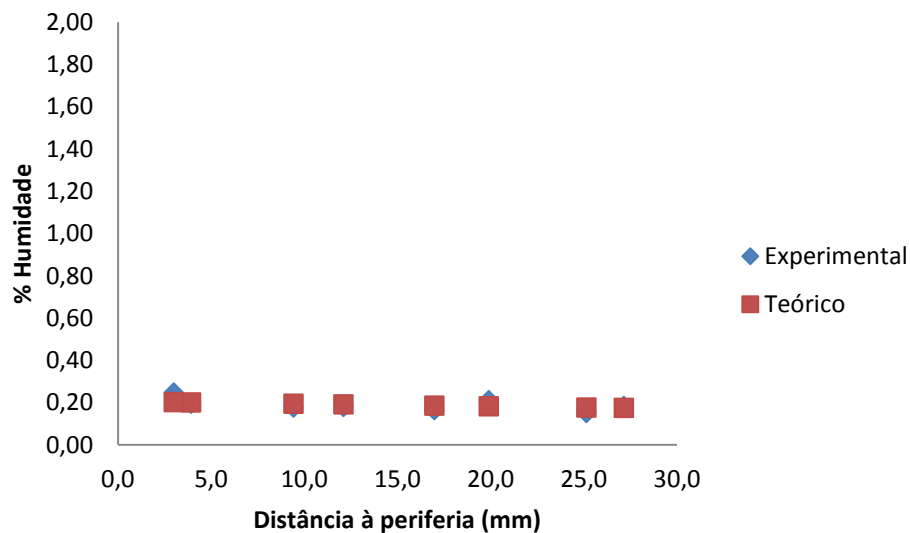


Figura 54-- Comparação entre os valores da % de humidade obtida experimentalmente com os valores obtidos pelo modelo desenvolvido na Etapa 5 do ciclo térmico.

Quando é aplicado o modelo construído para o estágio isotérmico os valores da % de humidade são praticamente coincidentes com os valores obtidos experimentalmente. Desta forma pode-se afirmar que é um modelo viável para provetes com diâmetro de 60 mm.

3.6.2- Aplicação do modelo desenvolvido em provetes com \varnothing 60 mm provetes com \varnothing 100 mm

É também espectável conseguir validar os modelos desenvolvidos para provetes com 60 mm de diâmetro, para provetes com geometrias superiores, com isto, comparou-se a % de humidade obtida experimentalmente nos provetes com 100 mm de diâmetro com a % de humidade obtidas pelo modelo desenvolvido (provetes 60 mm de diâmetro).

A nomenclatura utilizada para dividir o ciclo térmico de secagem de provetes superiores a 100 mm é a descrita anteriormente, tabela 15.

Em seguida apresentam-se os resultados obtidos da aplicação dos modelos anteriormente desenvolvidos para provetes de 100 mm de diâmetro.

Os restantes valores para a construção do gráfico estão no anexo I, das tabelas 6 à 12.

Tabela 27- Percentagem de humidade obtida quando aplicado o modelo mencionado (% humidade-M) na Etapa A do ciclo térmico de secagem.

d (mm)	t (min)	% Humidade	% Humidade-M	Δ
5,04	120	1,32	1,03	-0,29
5,64	120	1,38	1,07	-0,31
9,79	120	1,92	1,27	-0,65
14,68	120	1,66	1,47	-0,19
23,51	120	1,90	1,67	-0,23
24,77	120	1,97	1,68	-0,29
33,81	120	1,89	1,68	-0,21
35,40	120	1,98	1,66	-0,32
43,74	120	1,93	1,45	-0,48

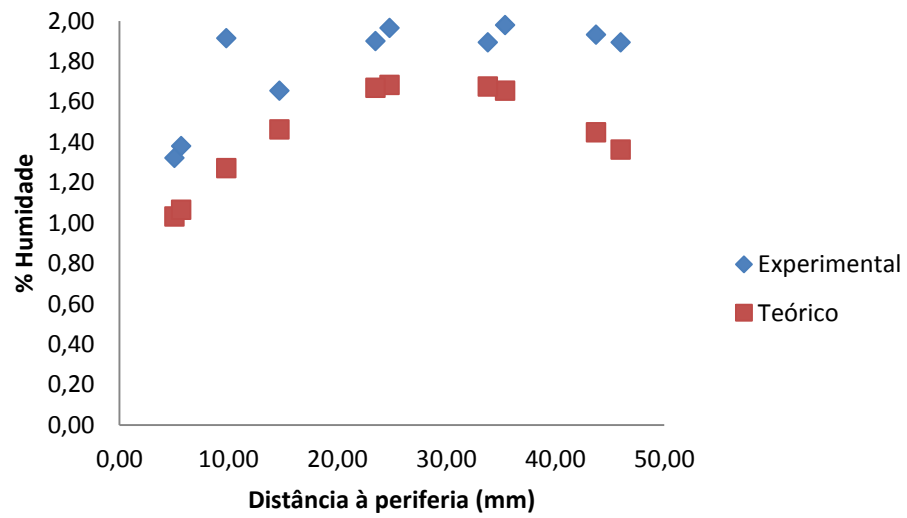


Figura 55- Comparação entre os valores da % de humidade obtida experimentalmente com os valores obtidos pelo modelo desenvolvido na Etapa A do ciclo térmico.

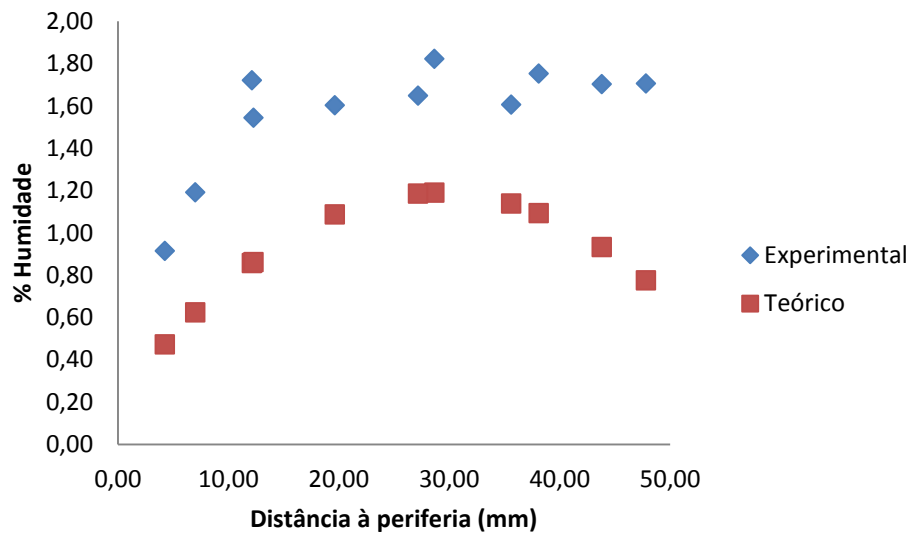


Figura 56- Comparação entre os valores da % de humidade obtida experimentalmente com os valores obtidos pelo modelo desenvolvido na Etapa B do ciclo térmico.

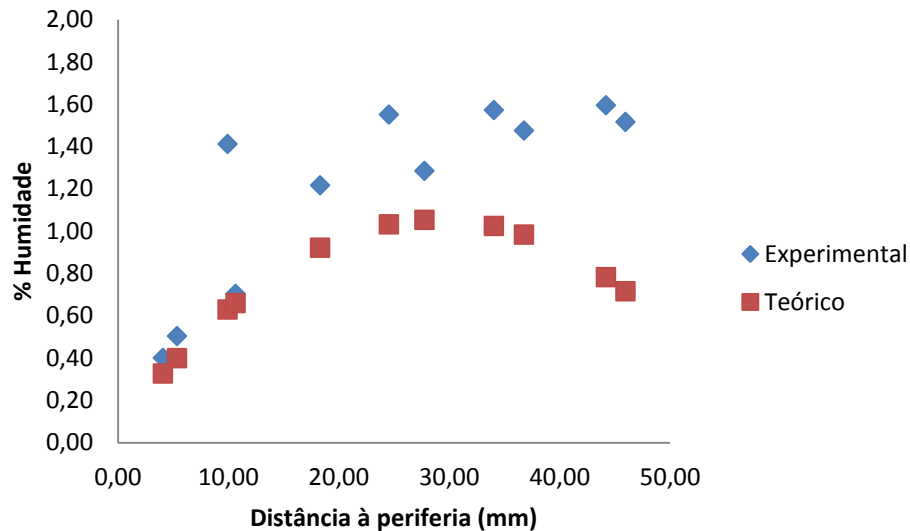


Figura 57- Comparação entre os valores da % de umidade obtida experimentalmente com os valores obtidos pelo modelo desenvolvido na Etapa C do ciclo térmico.

Como se pode observar, quando se aplica a modelação desenvolvida para as etapas antes do estágio isotérmico, os valores obtidos para a % de umidade diferem em muito dos valores obtidos experimentalmente. Apesar de este modelo apresentar um R-quadrado já elevado, não pode ser aplicado a provetes com diâmetro superior a 60 mm.

É notório que para valores teóricos acima dos 30 mm, a percentagem de umidade calculada começa a diminuir. Isto não se pode verificar visto que é sabido, através de estudos já apresentados, que neste patamar do ciclo térmico de secagem o valor da % de umidade é sempre maior no centro do que na periferia do provete. A curva deveria de ter um comportamento de subida em vez de apresentar um comportamento de descida.

Em seguida apresentam-se o teor de umidade obtido nos provetes com 100 mm de diâmetro quando é aplicado o modelo desenvolvido nos provetes com 60 mm de diâmetros para as etapas no estágio isotérmico.

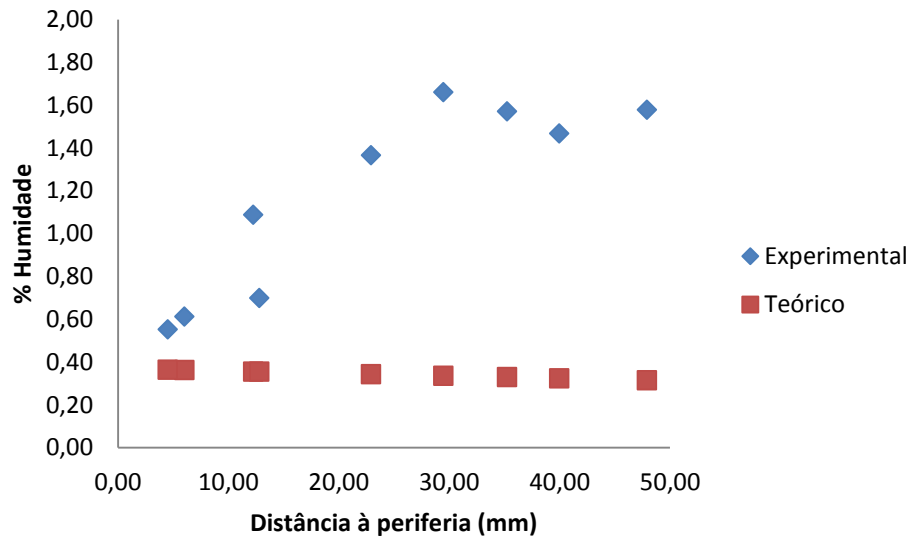


Figura 58- Comparação entre os valores da % de humidade obtida experimentalmente com os valores obtidos pelo modelo desenvolvido na Etapa D do ciclo térmico.

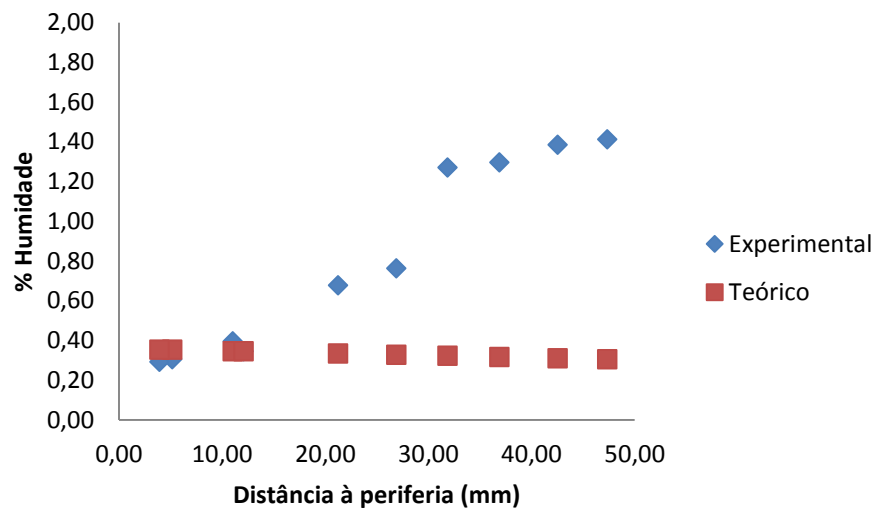


Figura 59- Comparação entre os valores da % de humidade obtida experimentalmente com os valores obtidos pelo modelo desenvolvido na Etapa E do ciclo térmico.

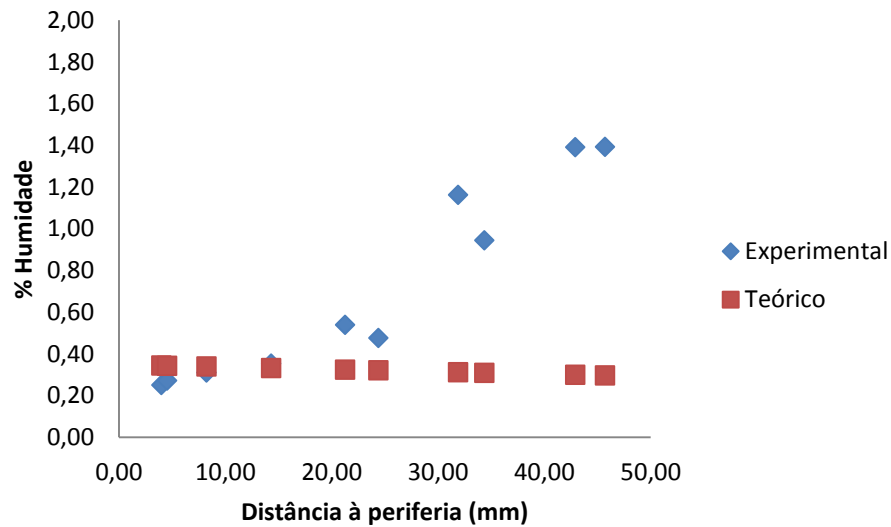


Figura 60- Comparação entre os valores da % de humidade obtida experimentalmente com os valores obtidos pelo modelo desenvolvido na Etapa F do ciclo térmico.

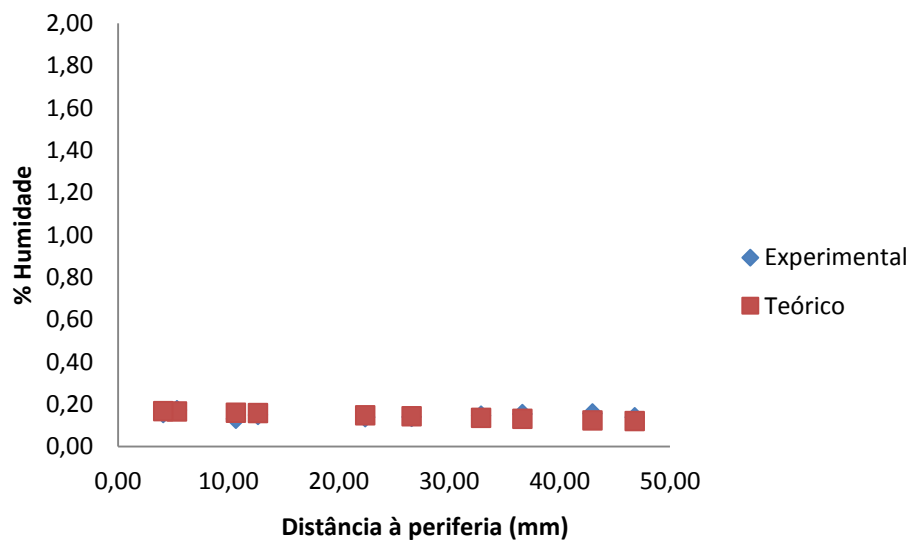


Figura 61- Comparação entre os valores da % de humidade obtida experimentalmente com os valores obtidos pelo modelo desenvolvido na Etapa G do ciclo térmico.

Para estes valores de % de humidade teóricos resultantes do modelo desenvolvido, nota-se que existe uma grande diferença entre os valores experimentais e os valores teóricos.

Com a apresentação destes resultados comprovou-se que a modelação desenvolvida para os provetes com 60 mm de diâmetro não pode ser aplicada em provetes com 100 mm de diâmetro. Não pode ser aplicada porque os valores teóricos são mais baixos que os valores experimentais, a utilização deste modelo em provetes com Ø 100 mm induziria em erro o utilizador para um determinado teor de humidade e

poderia levar a uma má produção dos produtos podendo estes apresentares defeitos irreparáveis. É necessário aprofundar o estudo de provetes de diâmetro superior a 60 mm de forma a conseguir viabilizar um modelo universal.

3.6.3- Modelação dos resultados obtidos em provetes com 60 mm de diâmetro sujeitos a uma tensão de 10,61 N/mm² e 26,76 N/mm².

Neste subcapítulo são apresentados os resultados obtidos para a modelação de provetes quando a pressão na etapa de conformação é diferente de 17,68 N/mm².

O desenvolvimento dos modelos seguiu a lógica anterior. Um modelo para o ciclo térmico de secagem antes do estágio isotérmico e outro modelo durante o estágio isotérmico. Não serão apresentados os valores em tabelas mas sim a exposição gráfica dos resultados obtidos.

3.6.3.1- Modelos para provetes prensados a 10,61 N/mm²

Ao relacionar os dados obtidos durante o estudo da % de humidade antes do estágio isotérmico, foi conseguida a seguinte relação:

$$\% \text{ Humidade} = 1,53 + 0,059d - 0,007t - 0,001d^2 + (2,27E - 6)t^2$$

$$r^2 = 0,84$$

Aplicando esta equação obteve-se os seguintes resultados.

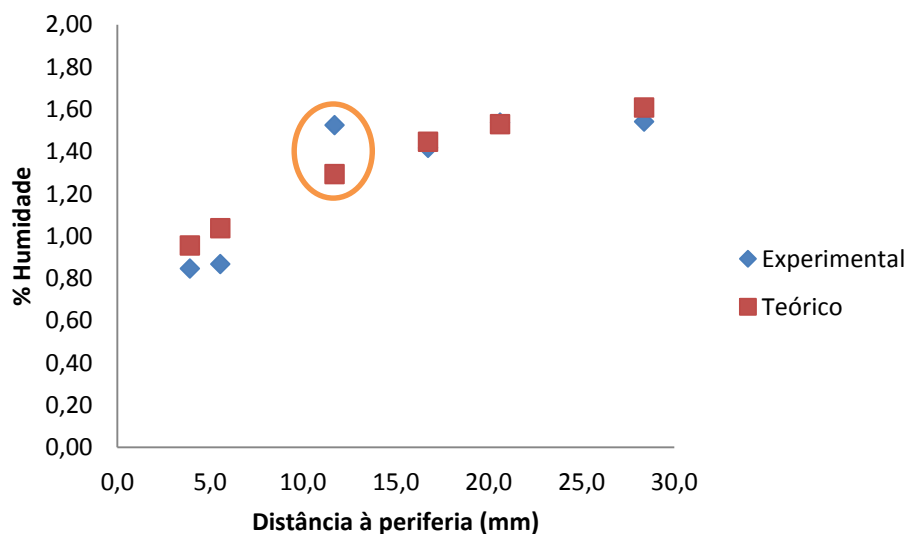


Figura 62- Comparação da % de humidade teórica e experimental em provetes com 60 mm de diâmetro sujeitos a uma tensão de 10,61 N/mm² na Etapa 1.

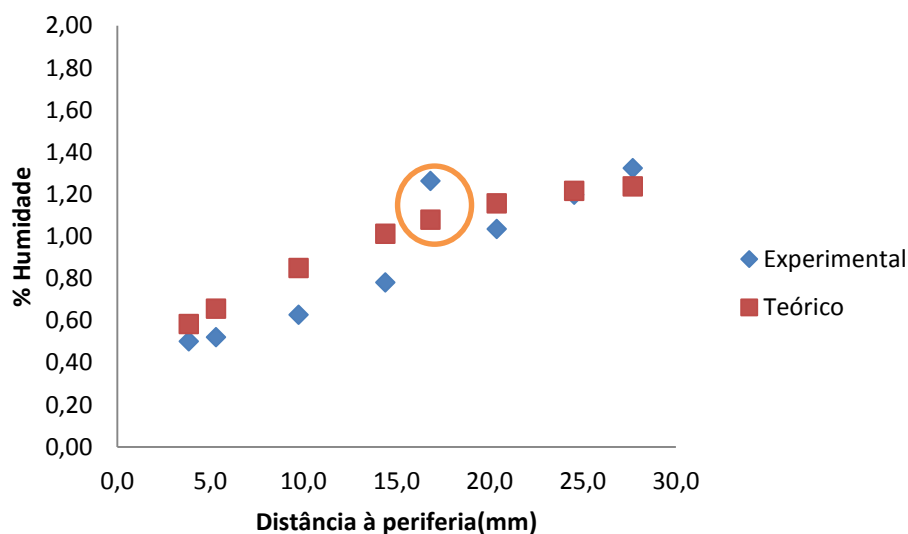


Figura 63- Comparação da % de umidade teórica e experimental em provetes com 60 mm de diâmetro sujeitos a uma tensão de 10,61 N/mm² na Etapa 2.

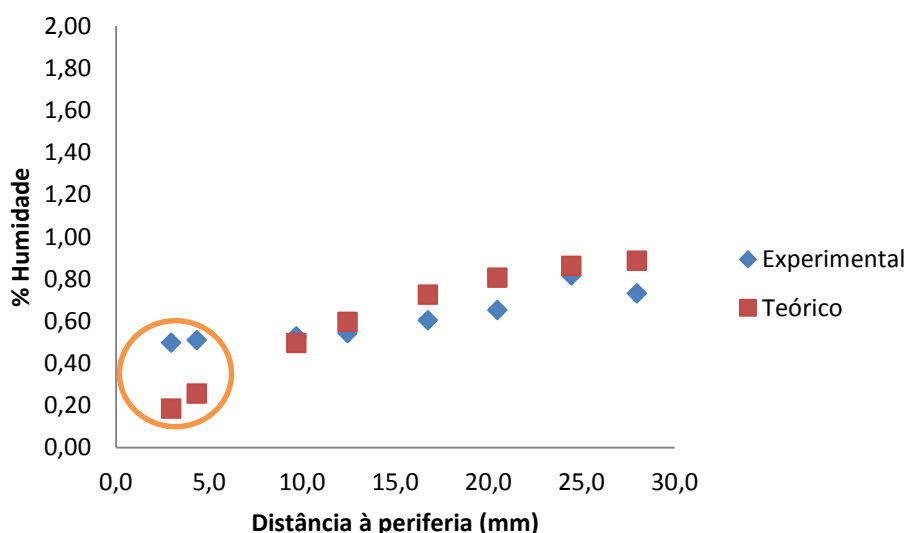


Figura 64- Comparação da % de umidade teórica e experimental em provetes com 60 mm de diâmetro sujeitos a uma tensão de 10,61 N/mm² na Etapa 3.

Ao analisar os resultados obtidos pode-se prever que para provetes com 60 mm de diâmetro, o modelo desenvolvido é aceitável, apesar do valor do R-quadrado ser muito baixo.

Os valores da % de umidade teórica acompanharam sempre de perto os valores da % de umidade obtida experimentalmente, no entanto é de ressaltar, que existe alguns valores que fogem desta realidade. Os valores mais problemáticos estão assinalados nas figuras (circulo laranja). A razão de os considerar problemáticos foi

devido aos valores experimentais serem substancialmente superiores aos teóricos. Ou seja, se este modelo fosse aplicado a % de humidade naqueles ponto era superior ao esperado o que poderia trazer algumas complicações (desde a possíveis fissuras após a sinterização à dificuldade de manuseamento do provete).

Segue-se a apresentação do modelo construído para o estágio isotérmico.

$$\% \text{ Humidade} = 0,44 - 0,001d - 0,0002t \quad r^2 = 0,96$$

Aplicando esta equação obteve-se os seguintes resultados.

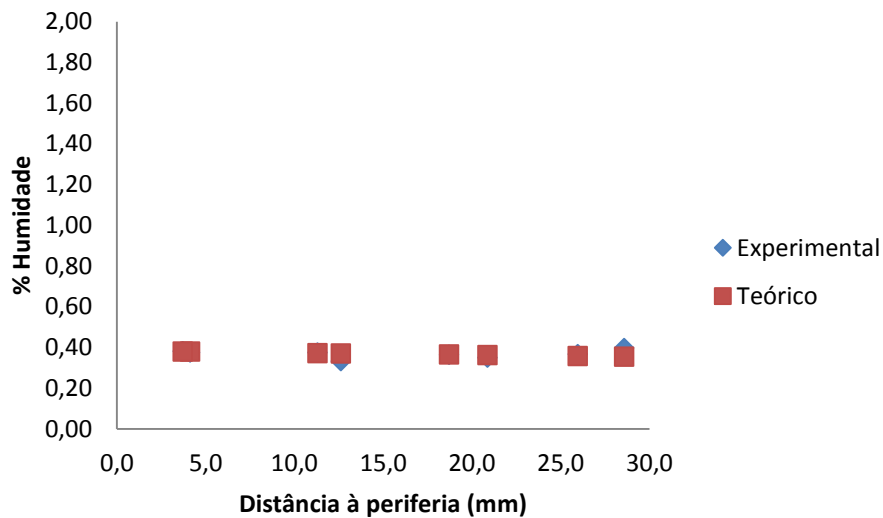


Figura 65- Comparação da % de humidade teórica e experimental em provetes com 60 mm de diâmetro sujeitos a uma tensão de 10,61 N/mm² na Etapa 4.

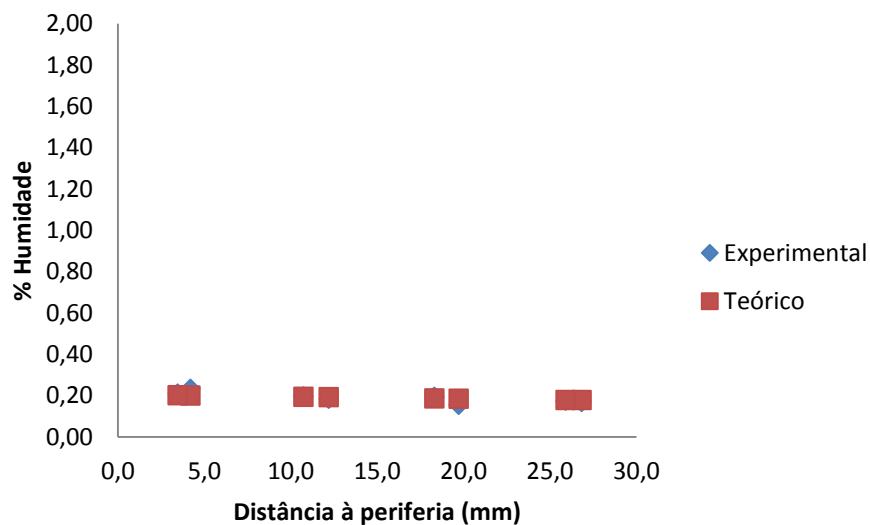


Figura 66-- Comparação da % de humidade teórica e experimental em provetes com 60 mm de diâmetro sujeitos a uma tensão de 10,61 N/mm² na Etapa 5.

Para o estágio isotérmico, o modelo desenvolvido é bastante fiável. O modelo apresenta um R-quadrado elevado e os valores teóricos e os valores práticos são coincidentes.

Pode-se afirmar que este modelo pode ser aplicado com sucesso para provetes de diâmetro igual ou inferior a 60 mm prensados a 10,61 N/mm².

3.6.3.2- Modelos para provetes prensados a 26,76 N/mm²

Ao relacionar os dados obtidos durante o estudo da % de humidade (em provetes produzidos nestas condições) antes do estágio isotérmico, foi conseguida a seguinte relação:

$$\% \text{ Humidade} = 1,91 + 0,044d - 0,009t - 0,0005d^2 + (7,11E - 6)t^2$$
$$r^2 = 0,95$$

Aplicando esta equação obteve-se os seguintes resultados.

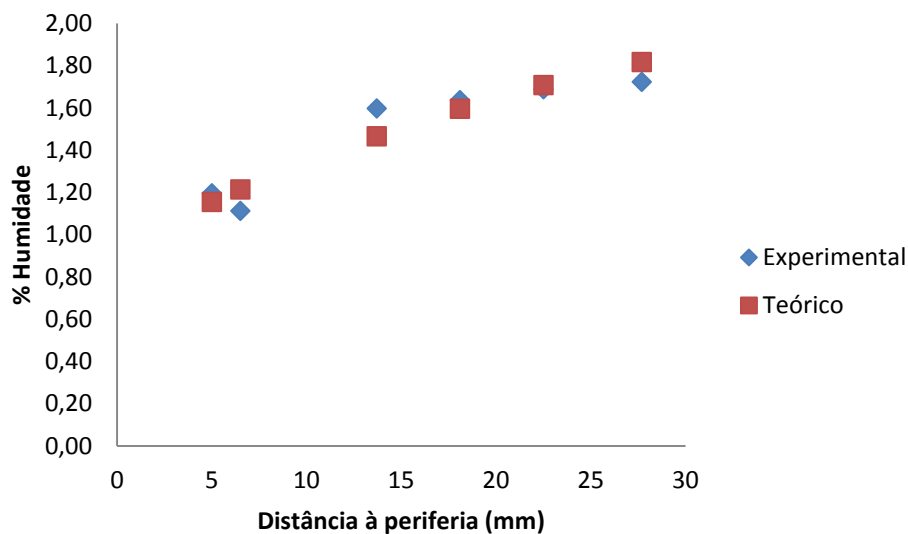


Figura 67- Comparação da % de humidade teórica e experimental em provetes com 60 mm de diâmetro sujeitos a uma tensão de 26,76 N/mm² na Etapa 1.

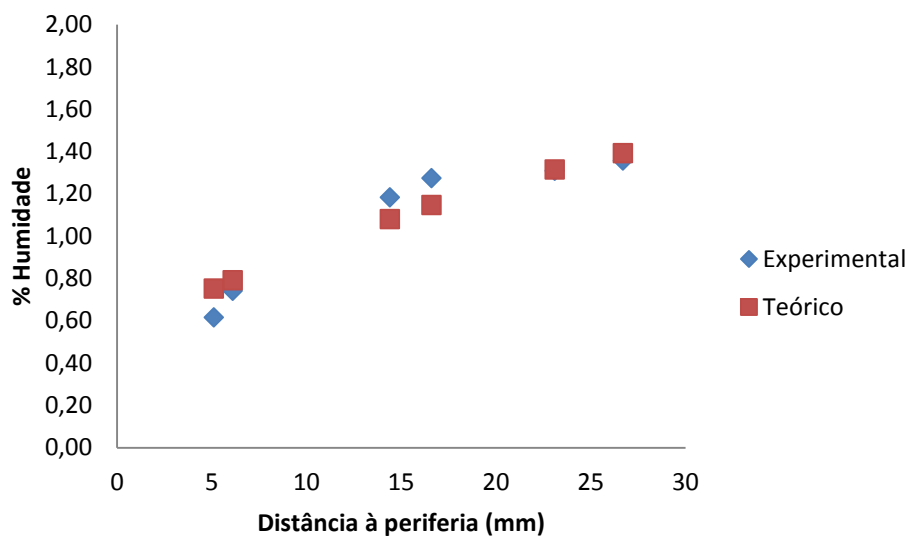


Figura 68-- Comparação da % de humidade teórica e experimental em provetes com 60 mm de diâmetro sujeitos a uma tensão de 26,76 N/mm² na Etapa 2.

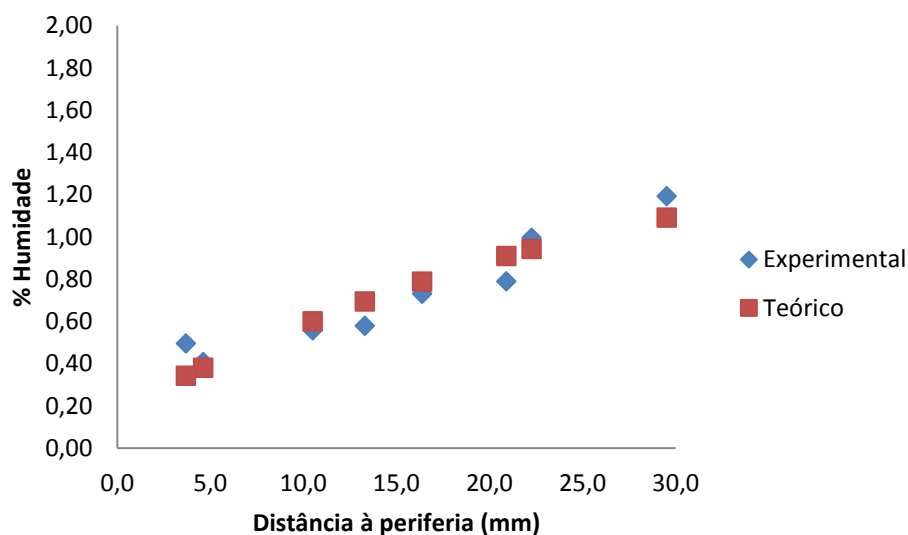


Figura 69- Comparação da % de humidade teórica e experimental em provetes com 60 mm de diâmetro sujeitos a uma tensão de 26,76 N/mm² na Etapa 3.

Este modelo pode ser aplicado com sucesso. Os pontos teóricos e os pontos práticos estão praticamente coincidentes, levando a crer que quando se aplica o modelo os valores obtidos estão muito próximos da realidade.

Segue-se a apresentação do modelo construído para o estágio isotérmico.

$$\% \text{ Humidade} = 0,62 - 0,0005d - 0,0004t \quad r^2 = 0,95$$

Aplicando esta equação obteve-se os seguintes resultados.

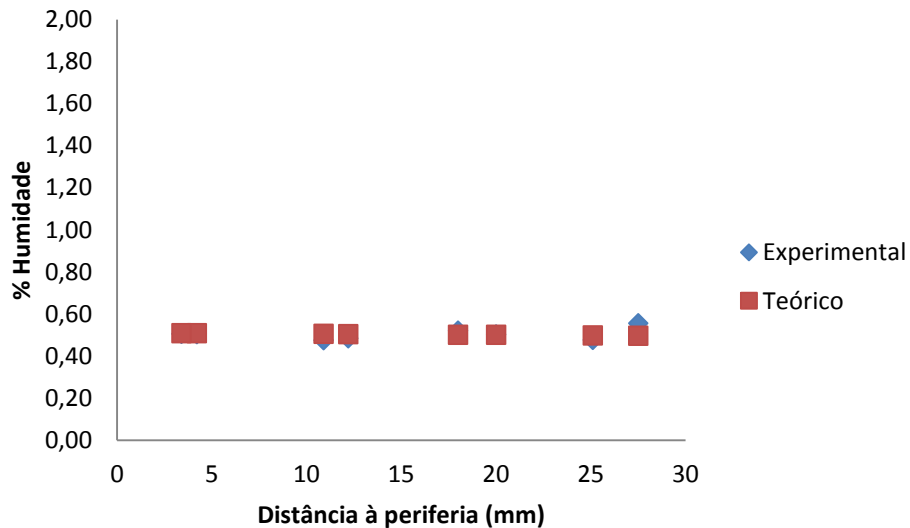


Figura 70- Comparação da % de umidade teórica e experimental em provetes com 60 mm de diâmetro sujeitos a uma tensão de 26,76 N/mm² na Etapa 4.

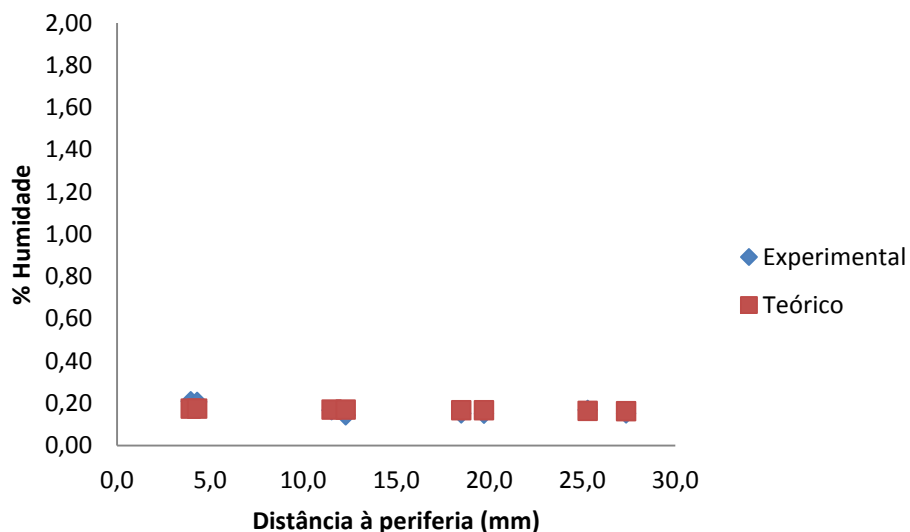


Figura 71- Comparação da % de umidade teórica e experimental em provetes com 60 mm de diâmetro sujeitos a uma tensão de 26,76 N/mm² na Etapa 5.

É notório que este modelo pode ser aplicado a provetes produzidos nestas condições visto que, os valores teóricos (obtidos pelo modelo desenvolvido) são praticamente coincidentes com os valores experimentais.

Neste subcapítulo foram apresentados os resultados obtidos da construção de modelos matemáticos para tentar prever os resultados obtidos na prática.

Foram desenvolvidos modelos para provetes de 60 mm de diâmetro. Concluiu-se que os modelos desenvolvidos podem ser aplicados porque os valores resultantes eram muito próximos dos valores obtidos experimentalmente.

Concluiu-se também que estes modelos não podem ser aplicados a provetes com diâmetro superior a 60 mm. Neste caso os valores obtidos através da aplicação do modelo eram muito diferentes dos valores obtidos na prática.

3.7- Caracterização química e estrutural

3.7.1- Microscopia Eletrónica de Varrimento

Neste subcapítulo é estudado o comportamento dos aditivos, utilizados na composição do compósito, com o objetivo de avaliar as reações que podem ocorrer entre eles durante as fases de mistura e de secagem. Foi analisado um compósito seco e três aditivos misturados em separado, Dextrina + Ureia, Dextrina + Álcool e Álcool + Ureia. Nas misturas foi utilizado a mesma relação em massa para a formação do compósito. A figura 72 mostra o aspeto dos aditivos misturados depois de secos.

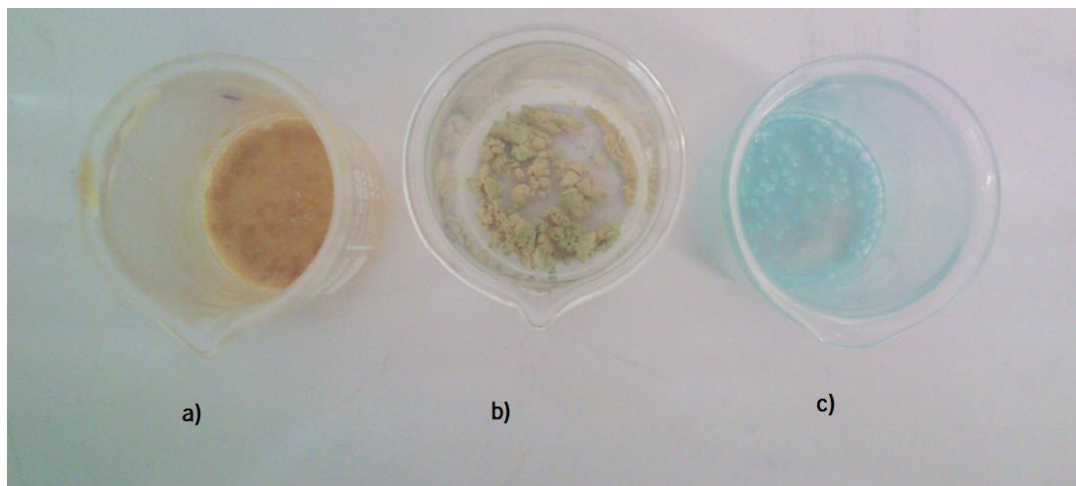


Figura 72-- a) Dextrina + Ureia; b) Dextrina + Álcool e c) Ureia + Álcool.

Durante a mistura e manuseamento das amostras notou-se que:

- As amostras a) e c) antes de secas formaram uma espécie de cola com uma viscosidade diferente;
- Na mistura c) a viscosidade era bastante menor que na mistura a). Isto pode estar relacionado com a presença do Álcool na mistura c) que ajuda a diminuir a viscosidade, visto ser um líquido.
- Na mistura b) ocorreu a formação de aglomerados de Dextrina.

Após a secagem, notou-se que na mistura b) não se alterou ao nível visual e que as outras duas misturas formaram uma cola muito resistente. A dificuldade de obter material para análise no MEV foi grande para as misturas a) e c).

É importante referir que a análise química do componente de mistura B27 presente no compósito foi realizada em trabalhos anteriores. A análise feita foi por Espetrometria de Fluorescência de raios-X.

O resultado foi o presente na tabela 28.

Tabela 28- Elementos presentes (% em peso) na composição do B27.

Composto	Concentração (%)	Erro absoluto (%)
Al ₂ O ₃	24,2	0,1
BaO	0,0896	0,001
CaO	1,27	0,04
Cr ₂ O ₃	0,0146	0,001
CuO	0,0169	0,001
Fe ₂ O ₃	0,470	0,009
K ₂ O	3,08	0,06
MgO	0,191	0,004
MnO	0,0195	0,002
Na ₂ O	5,16	0,04
Nb ₂ O ₅	0,00649	0,001
P ₂ O ₅	0,665	0,02
PbO	0,0126	0,001
Rb ₂ O	0,0771	0,001
SO ₃	0,0458	0,004
SiO ₂	63,8	0,2
SnO ₂	0,0188	0,001
SrO	0,0154	0,001
TiO ₂	0,142	0,01
ZnO	0,636	0,003
ZrO ₂	0,0107	0,001

Com esta análise a compreensão dos resultados obtidos no MEV/EDS é facilitada.

Em primeiro lugar foi analisado a microestrutura da amostra de compósito com o ciclo de secagem completo. A figura 73 representa o resultado obtido.

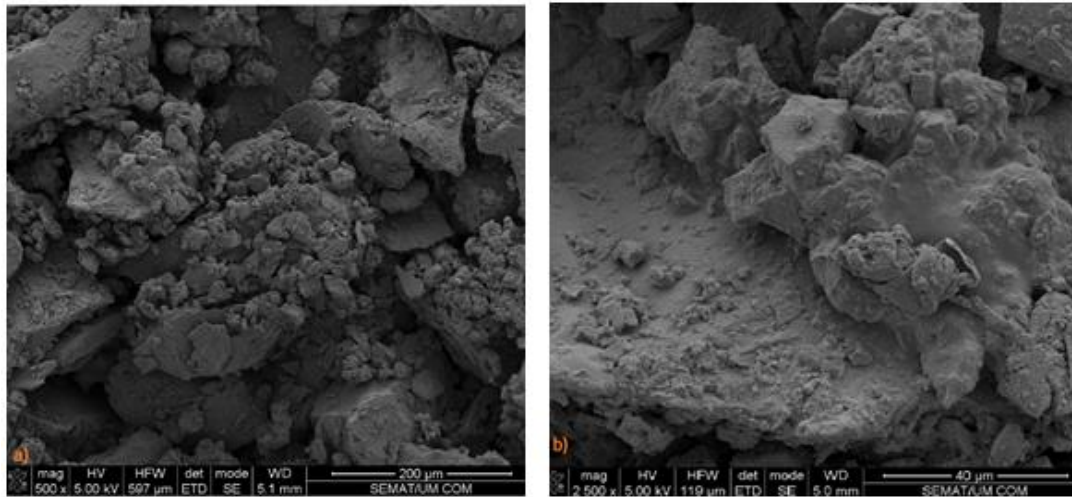


Figura 73- Microestrutura do compósito com ampliações diferentes. a)500 X e b) 2500 X.

Na figura 73 pode-se observar os grão de Alumina a serem sobrepostos pelos restantes aditivos, a). Para ter uma noção da interface Alumina-outros aditivos, a imagem b) permite ver que os aditivos de mistura estão ligados aos grãos de Alumina formando uma matriz que une os grãos de alumina aumentando a resistência mecânica em verde.

Para comprovar o que rodeia os grãos de Alumina foram analisadas diferentes zonas por EDS.

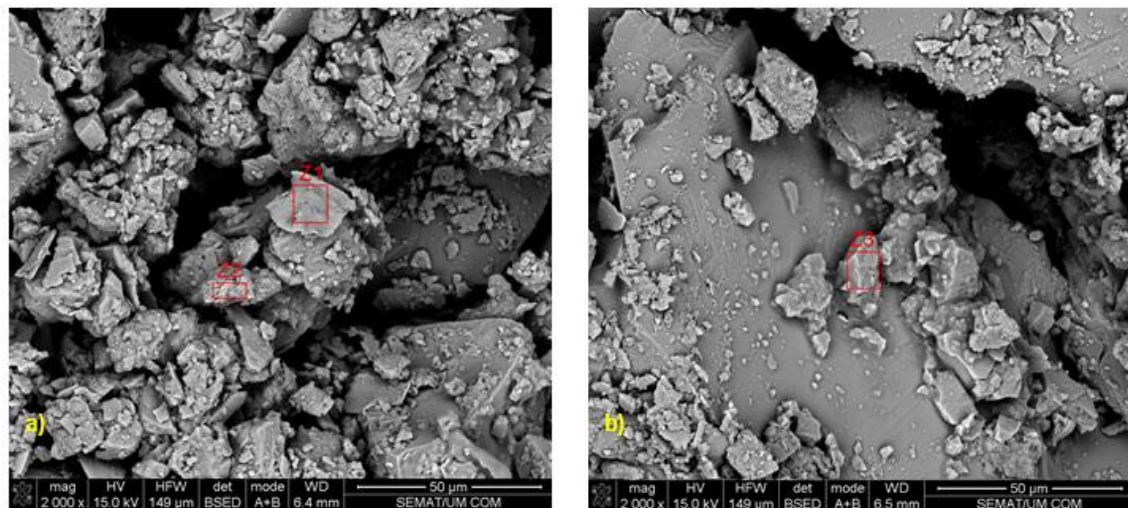


Figura 74- Zonas analisadas por EDS. Imagem a) zona 1 e zona 2; imagem b) zona 3.

Os resultados obtidos são apresentados nas tabelas 29, 30 e 31.

Tabela 29- Composição química (% em peso) da zona 1.

	C	N	O	Na	Al	Si	P	Cl	K	Ca
Peso %	43,9	17,55	21,78	2,29	2,94	7,01	0,76	0,75	1,98	1,04
At %	53,36	18,29	19,87	1,45	1,59	3,65	0,36	0,31	0,74	0,38

Tabela 30- Composição química (% em peso) da zona 2.

	C	N	O	Na	Al	Si
Peso %	11,92	10,95	40,99	1,41	14,65	20,09
At %	17,55	13,82	45,30	1,09	9,60	12,65

Tabela 31- Composição química (% em peso) da zona 3.

	C	N	O	Na	Al	Si	K
Peso %	13,88	6,18	39,35	5,68	9,27	25,3	0,35
At %	20,79	7,94	44,26	4,45	6,19	16,21	0,16

Ao analisar as tabelas 29, 30 e 31 nota-se que grande parte dos elementos encontrados nas zonas que se localizam sobre os grãos de Alumina são coincidentes. Estes elementos podem ser encontrados nos vários aditivos que compõe o compósito. Nas 3 zonas analisadas aparecem o Carbono, Azoto, Oxigénio, Sódio, Alumínio e Silício. Na zona 1 a composição observada foi substancialmente diferente, aparecendo vários elementos diferentes sendo esta constituída essencialmente por Fosforo, Cálcio, Potássio e Cloro. Estes elementos provêm em grande parte da composição da Dextrina (constituída em grande parte por carbono e oxigénio), Ureia (constituída em grande parte por carbono, azoto e oxigénio) e B27 (composição referida na tabela 43).

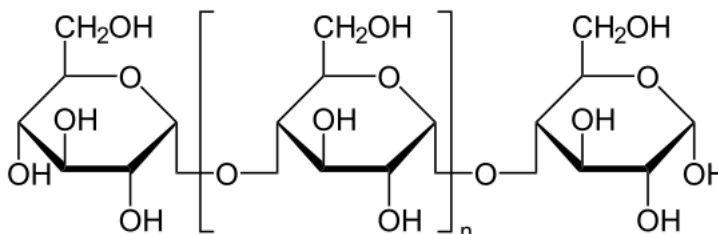


Figura 75- Fórmula estrutural da Dextrina 10].

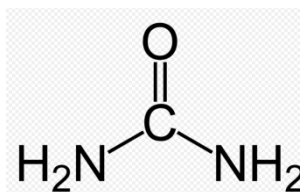


Figura 76- Fórmula estrutural da Ureia [11].

Em seguida fez-se a análise MEV/EDS da mistura dos aditivos em separado.

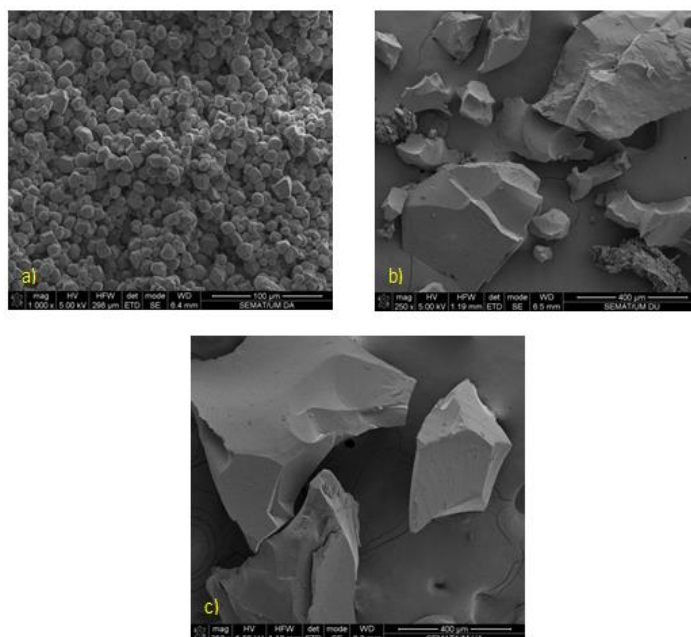


Figura 77- Morfologia da mistura dos aditivos a) Dextrina + Álcool; b) Dextrina + Ureia; c) Ureia + Álcool

Na figura 77 na imagem a) nota-se a formação dos aglomerados obtidos pela mistura de Dextrina com Álcool. Nas imagens b) e c) observa-se uma estrutura parecida em ambas as imagens. Esta estrutura deve-se à formação duma cola que tem como função conferir ao corpo em verde uma resistência mecânica suficientemente alta para as etapas de conformação seguinte à secagem. Nas figura b) e c) está presente a Ureia, podendo afirma-se, que é a Ureia que tem a função conferir a resistência mecânica ao corpo em verde, formando uma espécie de cola.

Em seguida apresenta-se os resultados obtidos no EDS para a mistura dos aditivos em separado. Neste caso, não foram distinguidas zonas, foi realizada uma análise geral nas amostras.

Tabela 32- Analise EDS (qualitativa) realizada as misturas dos aditivos.

	Peso %			At %		
	Dextrina + Álcool	Dextrina + Ureia	Ureia + Álcool	Dextrina + Álcool	Dextrina + Ureia	Ureia + Álcool
C	41,01	36,75	31,04	47,77	42,60	35,91
N	5,21	18,93	33,84	5,20	18,82	33,58
O	53,78	44,32	35,12	47,03	38,57	30,51

Quando realizada a análise EDS ao compósito reparou-se que o número de elementos reportados era grande. No entanto, os elementos encontrados na mistura dos aditivos são apenas o Carbono (C), Oxigénio (O) e Azoto (N). Com isto, podemos concluir que os elementos encontrados na análise do compósito, a sua maioria, advêm

do B27. Pode-se afirmar que a mistura realizada nos compósitos era homogênea e que a maior parte dos elementos cobriam os grãos de Alumina.

Quando analisadas as misturas, a percentagem em peso (Peso %) do Azoto (N) é mais baixa na mistura de Dextrina + Álcool, já que na composição química encontrada na bibliografia, a Dextrina é unicamente constituída por C, O e N. Logo, a presença de azoto pode derivar de alguma contaminação presente na amostra.

No caso das misturas que contém Ureia, o peso (%) do N já é maior, visto que a Ureia apresenta na sua estrutura química um conjunto de átomo de N aumentado assim a percentagem em peso presente na amostra.

Nesta etapa do estudo pode-se afirmar que o Álcool e a Dextrina têm um papel fundamental em conferir à peça em verde uma resistência mecânica suficientemente grande para permitir o manuseamento após o ciclo térmico de secagem. Enquanto a Ureia ajuda a formar uma espécie de cola, o Álcool diminui a viscosidade da Ureia para permitir que esta fique mais homogênea em toda a mistura. A adição da Dextrina pode estar relacionada com etapas de conformação posteriores ao ciclo térmico de secagem, como por exemplo a sinterização.

3.7.2- Espectroscopia de infravermelho

Esta técnica de caracterização tem como finalidade estudar as ligações química presentes nas amostras sujeitas a análise. As amostras sujeitas a análise foram:

- Dextrina;
- Ureia
- Mistura de Ureia com Álcool e Dextrina;
- Mistura de B27 com Dextrina;
- Mistura entre Dextrina, Ureia e Álcool na Etapa A do ciclo térmico de secagem;
- Compósito na Etapa E do ciclo térmico de secagem.

Com estas análises individuais e depois comparadas entre si, é possível obter informação sobre as ligações existentes e a possibilidade de formação de novas ligações. A formação de novas ligações resulta da formação de novos compostos.

Apresenta-se a seguir os resultados obtidos.

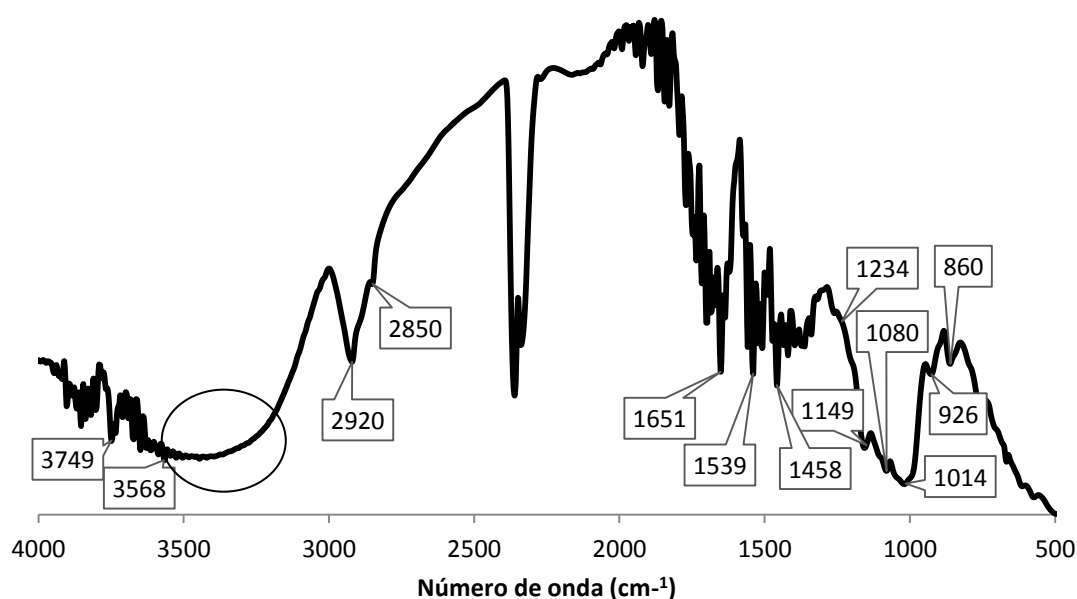


Figura 78- Espectro obtido para a análise da Dextrina.

Tabela 33- Picos de vibração da Dextrina.

Grupo funcional	Ligação	Número de onda teórico (cm ⁻¹)	Número de onda prático (cm ⁻¹)
Água	O-H-O	3760	3749
Ligação intermolecular do hidrogénio	O-H	3600-3500	3568
Alcanos	C-CH ₂ -C	2925 ±10	2920
Alcanos	C-CH ₂ -C	2850 ±10	2850
Amida ternária	O=C-N-R	1670-1630	1651
Sistema condensado	C=C	1525-1450	1539
Alcanos	C-CH ₂ -C	1465 ±20	1458
Ester alifático	C-O-C	1300-1050	1234
Álcool	C-O	1050	1149
Fenil mono-substituído		1110-1070	1080
Fenil mono-substituído		1070-1000	1014
Compostos Epóxi		950-860	926
Para-Benzeno		860-800	860

Ao analisar a Dextrina por esta técnica observa-se a existência de todas as ligações presentes no composto, figura 75. As ligações presentes são C-H, C-O, C-CH₂-C e O-H.

A figura contém um intervalo (assinalado com um circulo) que representa todas as ligações O-H presentes na amostra analisada.

Nesta análise, foi possível observar um outro conjunto de ligações, como por exemplo a ligação O-H-O. Aqui notou-se que esteve presente em todas a análises realizadas. Sendo assim, pode-se afirmar que a água ou está presente em todos os aditivos de mistura ou este valor advém da humidade presente na atmosfera. Com isto, e

como este valor aparece em todas as análises decidiu-se ignorar este pico nas análises seguintes.

Ao analisar a figura pode-se observar que o pico 2360 cm^{-1} não foi mencionado na tabela. Este pico é igual em todas as análises e é representativo do CO_2 existente na atmosfera, não é considerado um pico relevante para a análise dos aditivos sendo ignorado em todas as análises feitas.

As outras ligações observadas podem ter origem em possíveis contaminações do pó. Sabe-se que quando a Dextrina é pura apenas deve apresentar as ligações mencionadas anteriormente.

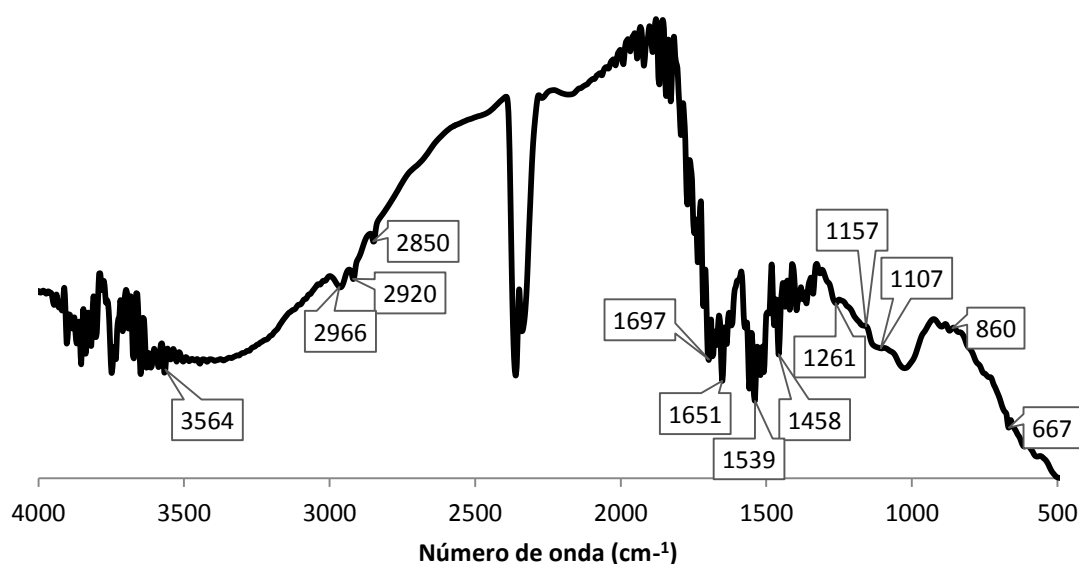


Figura 79-Espectro obtido para a análise da Ureia.

Tabela 34-- Picos de vibração da Ureia.

Grupo funcional	Ligação	Número de onda teórico (cm^{-1})	Número de onda prático (cm^{-1})
Ligação intermolecular do hidrogénio	O-H	3600-3500	3564
Alcano (grupo metílico)	C-CH ₃	2960 ± 10	2966
Alcano (grupo metileno)	C-CH ₂ -C	2925 ± 10	2920
Alcanos (grupo metileno)	C-CH ₂ -C	2850 ± 10	2850
Amina primária	C=O	1690	1697
Amida ternária	O=C-N-R	1670-1630	1651
Sistema condensado	C=C	1525-1450	1539
Alcanos (grupo metileno)	C-CH ₂ -C	1465 ± 20	1458
Ester alifático	C-O-C	1300-1050	1261
Álcool	C-O	1050	1157
Amina primária	C-N	1220-1020	1107

Amina primária	N-H	900-650	860
Amina primária	N-H	900-650	667

Ao analisar a Ureia observa-se a existência de todas as ligações presentes no composto. As ligações presentes são N-H, C-N e C=O. Estas ligações representam a Ureia pura, figura 76.

O aditivo utilizado é líquido, com isto é necessário adicionar alguns constituintes para transformar a Ureia num líquido. É nestes constituintes adicionados que podem apresentar as restantes ligações observadas.

Notou-se que existe alguns picos coincidentes com a Dextrina, mais propriamente, ligações O-H, C-CH₂-C, O=C-H-R, C-O.

Quando foram apresentados os resultados obtidos por EDS em diferentes misturas de aditivos, tabela 47, notou-se que para as misturas sem a Ureia a quantidade de azoto era menor que nas misturas com Ureia. Este resultado é apoiado pelo FTIR visto que só na Ureia aparece ligações relacionadas com as amins primárias.

As quantidades de C e O são maiores na mistura que não contem Ureia. Também é um resultado apoiado pelo FTIR visto que a maior parte das ligações observadas na análise da Dextrina é do C com o O.

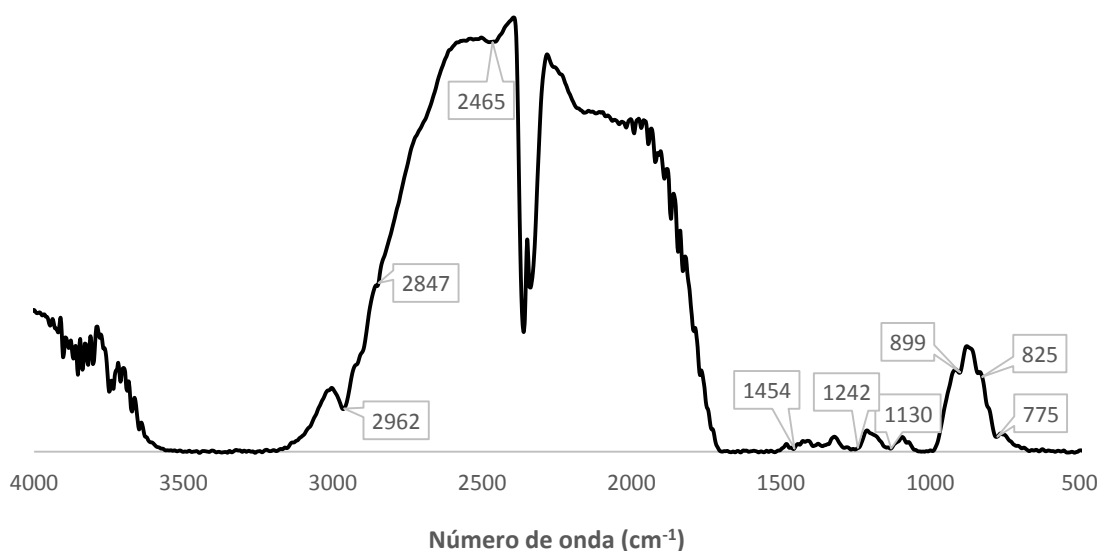


Figura 80-Espectro obtido para a análise da mistura de Ureia com Álcool e Dextrina.

Tabela 35-Picos de vibração da mistura da Dextrina, Ureia e Álcool.

Grupo funcional	Ligação	Número de onda teórico (cm ⁻¹)	Número de onda prático (cm ⁻¹)
Alcano (grupo metílico)	C-CH ₃	2960±10	2962
Alcanos	C-CH ₂ -C	2850 ±10	2847
Sais de amina ternária	NH ⁺	2700-2250	2455
Alcanos	C-CH ₂ -C	1465 ±20	1454
Ester alifático	C-O-C	1300-1050	1242
Álcool	C-O	1050	1130
Amina primária	N-H	900-650	899
Amina primária	N-H	900-650	825
Amina primária	N-H	900-650	775

Neste espectro, ligeiramente saturado, não é possível observar os picos com menor transmitância. No entanto é possível obter dados relevantes. Em primeiro lugar nota-se que é possível observar que existe ligações que estão associadas à Dextrina e à Ureia (por exemplo as ligações C-CH₂-C e N-H, respetivamente). Em segundo lugar observa-se a formação de uma amina ternária (pico 2455 cm⁻¹) e pode ser o resultado de alguma dissociação de ligações N-H.

Seria espectável observar um pico entre os 1700 cm⁻¹ que resultava na formação de ligações C=O dos Uretanos, no entanto devido à saturação do espectro não é possível identificá-lo.

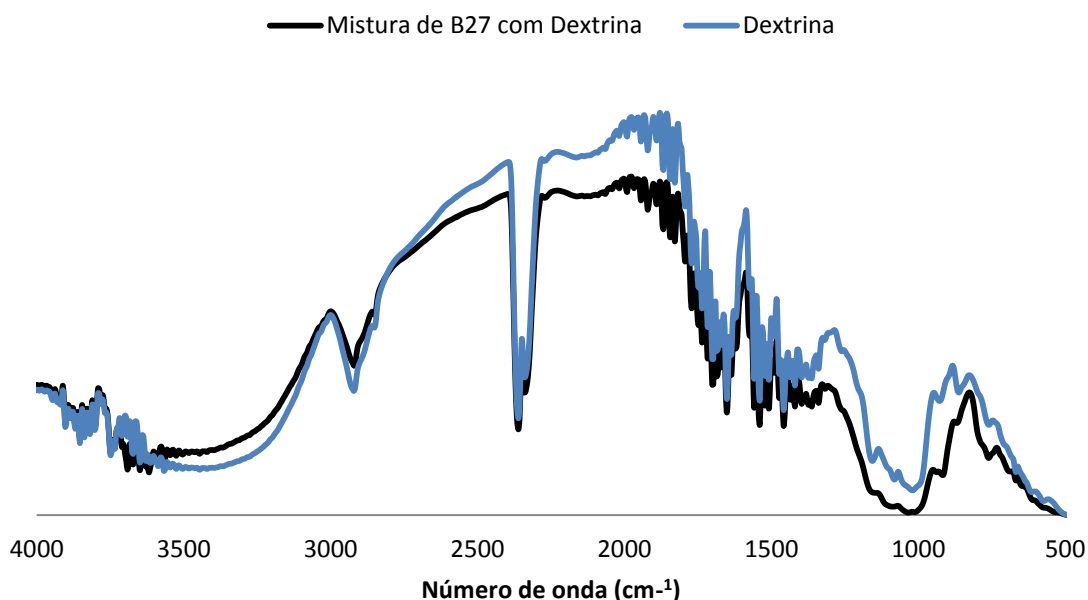


Figura 81-Comparação entre os espectros obtidos na análise da mistura do B27 e Dextrina e análise da Dextrina.

Para compreender se ocorria alguma reação entre o B27 e a Dextrina analisou-se a mistura dos dois aditivos e comparou-se com o espectro da Dextrina. Ao analisar

conclui-se que não ocorre formação de ligações novas logo não à uma reação que permita a formação de um novo constituinte. É notório que os dois espectros são coincidentes em todos os picos.

O B27 é um composto mineral, sendo assim não é possível observar os componentes que compõem a sua mistura. Esta técnica de caracterização não está preparada para compostos minerais mas sim para compostos orgânicos.

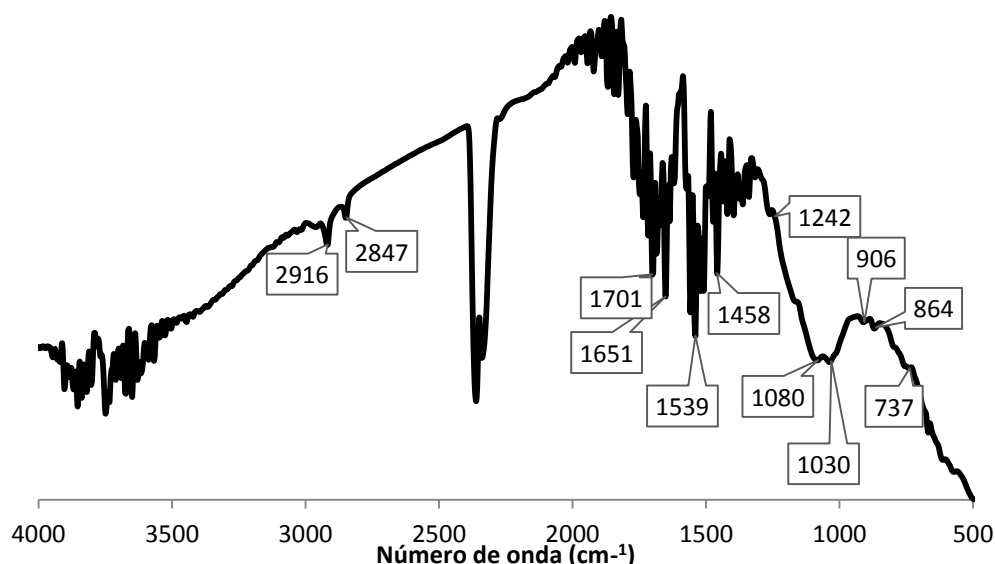


Figura 82-Espectro obtido para a análise do compósito na Etapa E.

Tabela 36- Picos de vibração do compósito na Etapa E.

Grupo funcional	Ligação	Número de onda teórico (cm ⁻¹)	Número de onda prático (cm ⁻¹)
Alcano (grupo metileno)	C-CH ₂ -C	2925 ±10	2916
Alcanos (grupo metileno)	C-CH ₂ -C	2850 ±10	2847
Amina primária	C=O	1690	1701
Amida ternária	O=C-N-R	1670-1630	1651
Sistema condensado	C=C	1525-1450	1539
Alcanos (grupo metileno)	C-CH ₂ -C	1465 ±20	1458
Ester alifático	C-O-C	1300-1050	1242
Álcool	C-O	1050	1080
Fenil mono-substituído		1110-1070	1030
Amina primária	N-H	900-650	906
Amina primária	N-H	900-650	864
Amina primária	N-H	900-650	737

Relativamente à análise de um compósito na Etapa E (380 minutos e atinge 80°C) do ciclo térmico de secagem pode-se afirmar que não ocorre nenhuma formação de ligações novas, i.e. não se forma nenhum composto novo. É possível observar picos

pertencentes aos aditivos Dextrina e Ureia. Pode-se afirmar que a aplicação do ciclo térmico de secagem tem apenas como finalidade a diminuição de líquido na peça.

É notória a eliminação de ligações O-H, quando comparado com os espectros anteriores, que pode estar na eliminação pelo calor do Álcool presente na mistura.

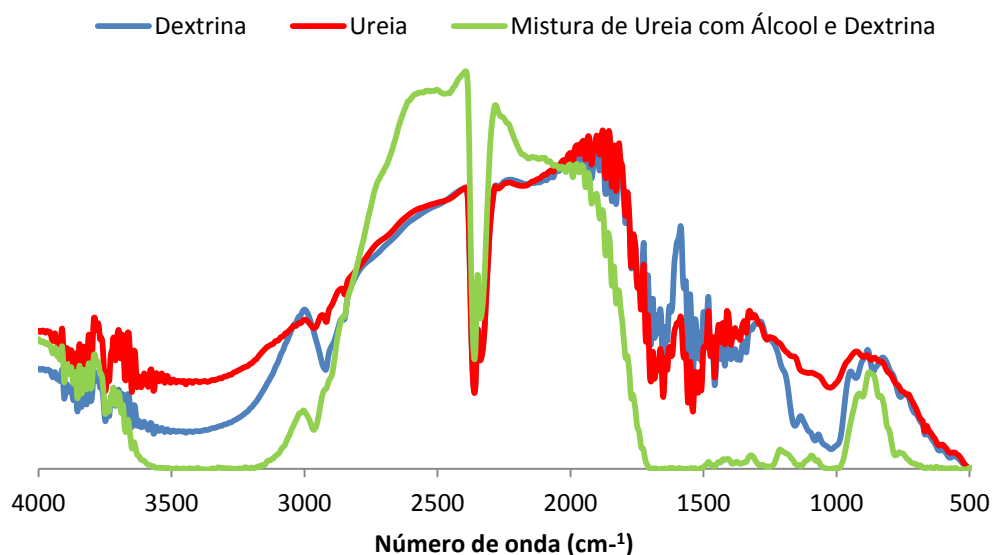


Figura 83- Espectro obtido para a análise da Dextrina, análise da Ureia e da mistura de Ureia com Álcool e Dextrina.

Para saber se ocorria a formação de novas ligações que levassem à formação de novos elementos quando misturado Dextrina, Ureia e Álcool recorreu-se à comparação dos diferentes espectros. Conclui-se que a mistura desses três aditivos não forma novas ligações e por consequência não ocorre a formação de novos elementos, resultado apoiado pela análise do compósito na Etapa E. É notório que todos os picos são coincidentes levando a crer que as ligações presentes na mistura dos três aditivos provem dos elementos individuais constituintes dessa mesma mistura. Estas ligações foram estudadas anteriormente não havendo necessidade de recorrer novamente à sua identificação.

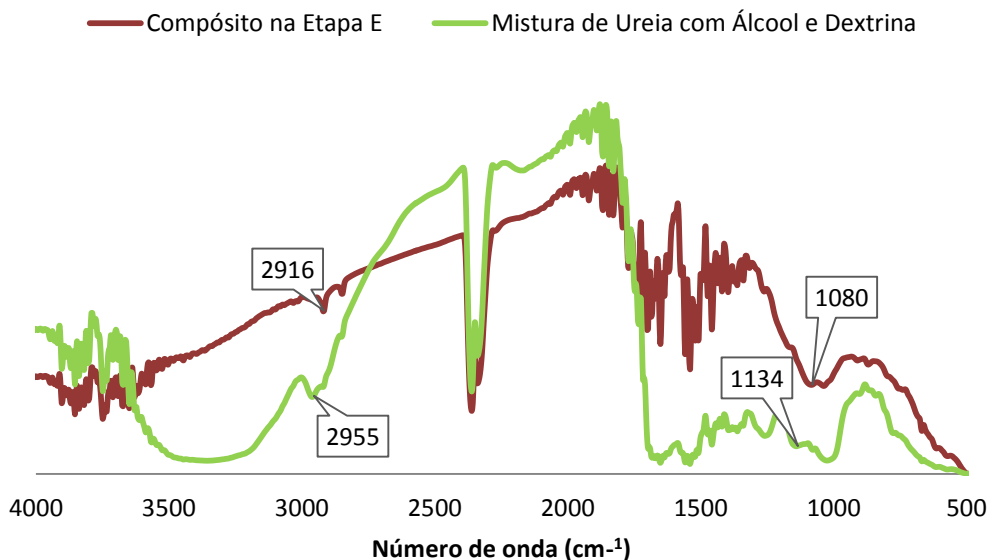


Figura 84- Espectro obtido para a análise do compósito na Etapa E e da mistura Dextrina, Ureia e Álcool.

Em seguida foi proposto estudar a influência que o ciclo térmico tem na mistura dos três aditivos (Dextrina, Ureia e Álcool). A ligação 2955 cm^{-1} desaparece quando é aplicado um aquecimento e ocorre a formação de novas ligações no pico 2916 cm^{-1} . Conclui-se que as ligações C-CH₃ desaparecem e forma-se novas ligações C-CH₂-C.

As ligações com um número de onda 1134 cm^{-1} e 1080 cm^{-1} aparentam ser diferentes. No entanto com as análises anteriores picos com este número de onda dizem respeito à ligação C-O presente no álcool podendo esta ligação ser observada em picos com uma pequena variação, o que se verifica.

É importante referir que quando se realiza um aquecimento ocorre uma diminuição notória das ligações O-H. Isto leva a crer que poderá existir alguma reação entre estes dois componentes. Mas esta suposição não foi apoiada pelo FTIR visto que não aparece nenhum pico diferente dos já observados.

No final da caracterização por FTIR pode-se concluir que não existe a formação de novos elementos quando se mistura os diferentes aditivos. A mesma conclusão serve para quando é aplicado o ciclo térmico de secagem. No entanto, quando é realizado um aquecimento ocorre uma perda global das ligações O-H.

Com esta caracterização pode-se afirmar que o ciclo térmico aplicado na empresa pode ser modificado sem que se altere os elementos presentes nas mós abrasivas produzidas.

Em capítulos anteriores verificou-se com a alteração da velocidade de aquecimento para o dobro obtinha-se uma % de humidade muito próxima da % de

humidade obtida no ciclo térmico de secagem normal. Na altura foi explícito que podia existir dois obstáculos na aplicação da alteração do ciclo térmico de secagem: (1) possível fissuração das peças após sinterização e (2) necessidade de aplicação do ciclo térmico para formação de novos componentes. Pode-se afirmar que o ponto (2) não é verdade abrindo assim o caminho para a alteração de um ciclo térmico eficiente e com gastos menores para a empresa.

3.8- Determinação da resistência mecânica à compressão

3.8.1- Evolução da tensão da compressão ao longo do ciclo térmico de secagem

Nesta etapa do trabalho serão apresentados os resultados obtidos sobre o valor da tensão de compressão ao longo do ciclo térmico de secagem.

Foram escolhidas três etapas ao longo do ciclo: Etapa 3 (75°C, 240 min), Etapa 4 (80°C, 315 min) e Etapa 5 (80°C, 1260 min). Apresenta-se também os valores de resistência à compressão obtidos para uma secagem em que as amostras são colocadas diretamente 110°C.

As amostras preparadas apresentavam um diâmetro com 30 mm e uma altura com 17 mm.

Neste caso, quando o teste era realizado, o valor da força de compressão era obtido imediatamente através de um gráfico, como é representado na figura 85.

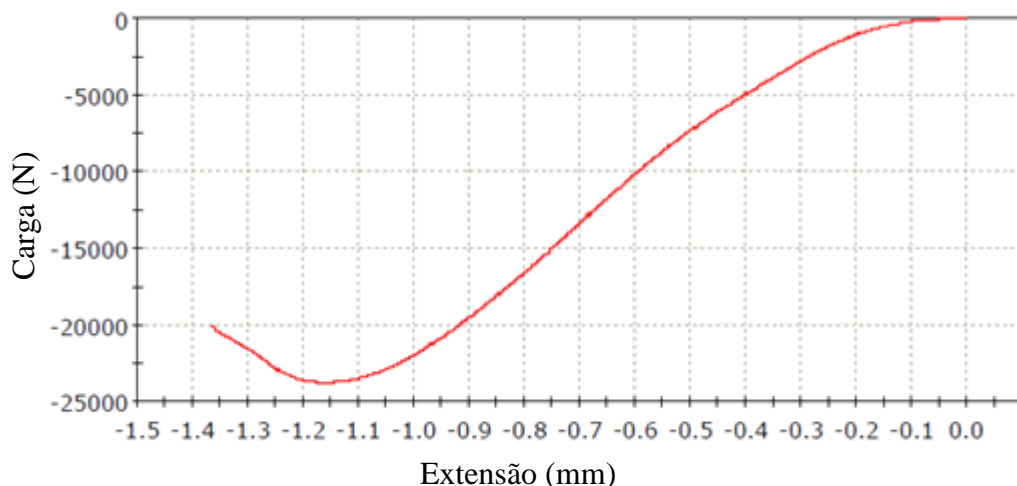


Figura 85- Resultado obtido no ensaio de compressão da amostra 2 na Etapa 4 do ciclo térmico de secagem.

Através da análise da figura, a resistência à compressão é representada pelo valor mais baixo da curva obtida e corresponde ao início de formação de fissuras no material.

Devido à grande quantidade de ensaios não é possível apresentar todos os resultados no trabalho. Os restantes ensaios estão incluídos no anexo II.

Em seguida apresenta-se os resultados obtidos.

Tabela 37- Resultados obtidos na Etapa 3 do ciclo térmico de secagem.

Amostra	D (mm)	A (mm ²)	F (N)	T (N/mm ²)
1	30,2	716,31	25001	34,90
2	30,2	716,31	25152	35,11
3	30,2	716,31	24458	34,14
4	30,2	716,31	25334	35,37
			Média	34,88

Tabela 38- Resultados obtidos no Ponto 4 do ciclo térmico de secagem.

Amostra	D (mm)	A (mm ²)	F (N)	T (N/mm ²)
1	30,2	716,31	23322	32,56
2	30,2	716,31	23779	33,20
3	30,2	716,31	18342	25,61
			Média	30,64

Tabela 39- Resultados obtidos no Ponto 5 do ciclo térmico de secagem.

Amostra	D (mm)	A (mm ²)	F (N)	T (N/mm ²)
1	30,2	716,31	17550	24,50
2	30,2	716,31	13869	19,36
3	30,2	716,31	15432	21,54
4	30,2	716,31	15246	21,28
			Média	21,67

Tabela 40- Resultados obtidos em amostras diretamente a 110°C.

Amostra	D (mm)	A (mm ²)	F (N)	T (N/mm ²)
1	30,2	716,31	22327	31,17
2	30,2	716,31	23556	32,88
3	30,2	716,31	23764	33,18
4	30,2	716,31	18206	25,42
			Média	30,66

A exposição gráfica deste ajuda a uma melhor compreensão, a figura 86 representa isso mesmo.

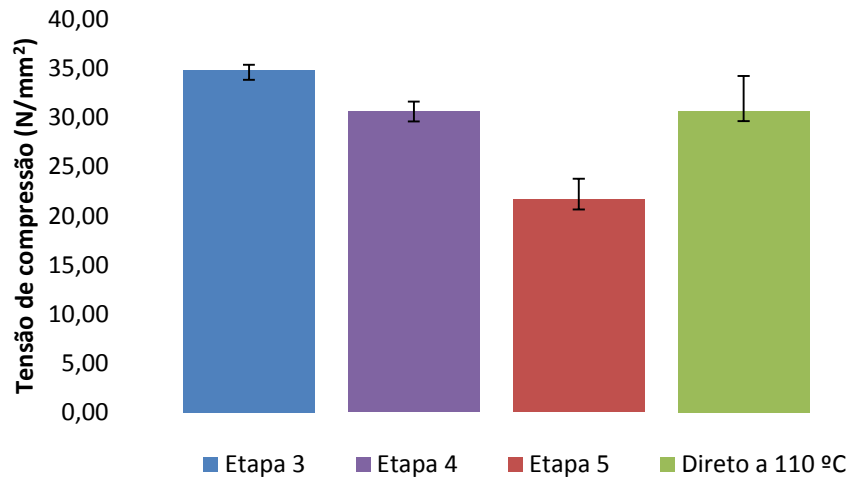


Figura 86- Comparação da tensão de compressão ao longo do ciclo térmico de secagem e quando o provete é sujeito a um choque térmico a 110°C.

Como é possível observar, à medida que o ciclo térmico de secagem avança o valor da tensão de compressão desce. Este resultado pode estar relacionado com a quantidade de líquido ainda presente nas amostras.

Como foi visto anteriormente, à medida que o ciclo térmico avança, a quantidade de líquido presente nos provetes vai diminuindo gradualmente. Ou seja, nas etapas iniciais a quantidade de líquido presente é maior que nas etapas finais do ciclo térmico de secagem.

Nas amostras mais húmidas o líquido presente vai dispersando a força aplicada sobre a amostra. Isto permite que, para as amostras mais húmidas, a tensão de compressão seja maior que nas amostras mais secas. Pode-se dizer que as amostras mais húmidas têm um comportamento mais elástico, “tipo espuma”.

Como foi retratado antes, a perceção do utilizador é importante e notou-se que as amostras mais húmidas eram mais friáveis que as amostras mais secas. Apesar de as amostras mais húmidas apresentarem uma tensão de compressão superior a sua friabilidade era tão alta que dificultava o seu manuseamento.

Nas amostras colocadas diretamente a 110°C durante duas horas é possível conjugar estes dois fatores. Estas amostras apresentam tensões de compressão mais elevadas que as tensões da última etapa do ciclo térmico de secagem e uma friabilidade igual à última etapa. A esta temperatura, a Ureia poderá ter formado uma teia suficientemente forte para conferir ao corpo em verde uma tensão de compressão elevada e uma menor friabilidade.

No estudo da secagem foi constatado que quando os provetes são colocados diretamente a 110°C apresentam uma % de humidade mais baixa. O único entrave da utilização deste procedimento poderia ser o aparecimento de microfissuras, já que não foi observado nenhuma macrofissura. Com estes resultados a probabilidade de fissuração é baixa, visto que se a amostra apresenta-se fissuras a tensão de compressão teria de ser obrigatoriamente mais baixa que a tensão de compressão da ultima etapa do ciclo térmico de secagem.

3.8.2- Influência da alteração composição da mistura na tensão de compressão

Para saber a influência na tensão de compressão que os aditivos utilizados têm no corpo em verde, realizou-se testes de tensão de compressão em amostras com diferentes composições. Quando os aditivos foram analisados no MEV constatou-se que a alteração da Dextrina + Álcool não influenciava na estabilidade do corpo em verde.

Por isso, nestes ensaios, procedeu-se apenas a alteração das quantidades de (1) Ureia (U) + Álcool (A) e (2) Ureia (U) + Dextrina (D).

Neste caso, foram preparadas amostras com 62 mm de diâmetro e 10 mm de altura com uma composição apresentando percentagens menos 50%, 20% e 10% destes aditivos. E por fim, foram preparadas amostras com mais 50% destes aditivos. Foi utilizado um ciclo térmico de secagem completo, 1260 minutos e saí a 80°C.

Os resultados obtidos para a diminuição da quantidade dos aditivos apresentam-se nas tabelas 41, 42, 43 e 44.

Tabela 41- Valor da tensão de compressão para amostras com menos 50% de aditivos.

	D (mm)	A (mm ²)	F (N)	T (N/mm ²)
U+A	62	3019,07	55367	23,37
	62	3019,07	57957	18,77
			Média	21,29
D+U	62	3019,07	50964	16,88
	62	3019,07	48298	16,00
			Média	16,44

Capítulo 3- Apresentação e discussão de resultados

Tabela 42- Valor da tensão de compressão para amostras com menos 20% de aditivos.

	D (mm)	A (mm ²)	F (N)	T (N/mm ²)
U+A	62	3019,07	56166	18,60
	62	3019,07	43699	14,47
			Média	16,54
D+U	62	3019,07	56994	18,88
	62	3019,07	45941	15,22
			Média	17,05

Tabela 43-- Valor da tensão de compressão para amostras com menos 10% de aditivos.

	D (mm)	A (mm ²)	F (N)	T (N/mm ²)
U+A	62	3019,07	73316	24,28
	62	3019,07	76968	25,49
			Média	24,28
D+U	62	3019,07	81919	27,13
	62	3019,07	46858	15,57
			Média	21,35

Tabela 44-- Valor da tensão de compressão para amostras com composição inicial.

D (mm)	A (mm ²)	F (N)	T (N/mm ²)
30,2	716,31	17550	24,50
30,2	716,31	13869	19,36
30,2	716,31	15432	21,54
30,2	716,31	15246	21,28
		Média	21,67

Para melhor compreensão dos resultados a exposição gráfica é essencial.

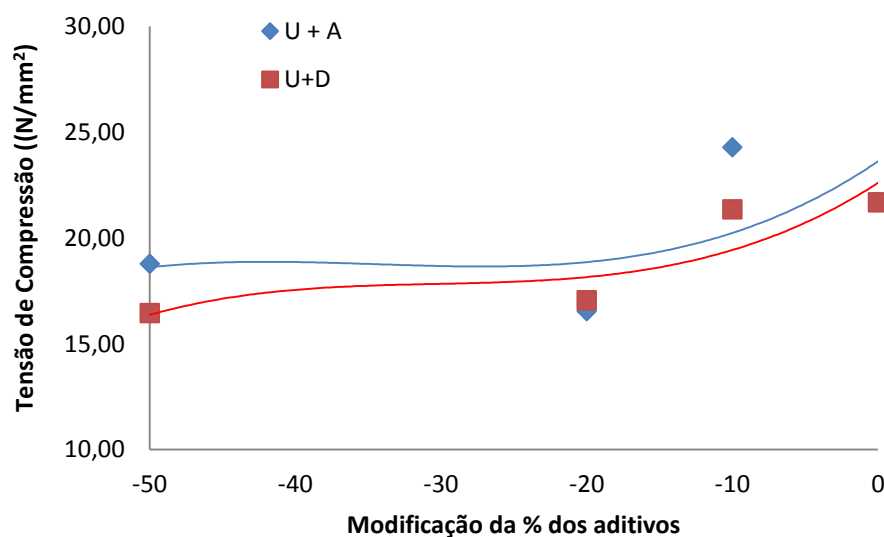


Figura 87- Valores da tensão de compressão para provetes com diferentes composições de aditivos.

A diminuição dos aditivos promove uma diminuição da tensão de compressão nas amostras. Era um resultado esperado visto poder não existir Dextrina suficiente para formar uma estrutura que sustente o corpo em verde.

A tensão de compressão nas amostras em que se promove a diminuição da Ureia + Álcool é superior quando comparada quando se promove à diminuição da Ureia + Dextrina. Isto vem em conta com o que foi dito antes, o Álcool diminui a viscosidade da Ureia o que leva a uma melhor homogeneização desta aumentando a tensão de compressão.

Notou-se que a friabilidade das amostras com composições com menos 20% é muito elevada. As amostras desfaziam-se com muita facilidade fazendo com que o seu manuseamento seja impraticado. A friabilidade nas amostras com menos 10% é semelhante com a friabilidade em amostras com a composição normal.

Após estes testes pode-se concluir que a diminuição em 10% dos aditivos é possível sem comprometer as propriedades em verde.

Nas amostras sujeitas a um aumento de 50% de aditivos, a tensão de compressão não foi obtida com precisão, uma vez que o equipamento utilizado não conseguiu registar com exatidão o valor da força de compressão necessária para ceder a amostra. Foram registados valores de tensão de compressão acima dos 100 N/mm² não atingindo o limite da amostra.

Capítulo 4- Conclusões

4.1- Conclusão do trabalho

Com este trabalho foi possível constatar que quando a empresa produz mós abrasivas com geometrias próximas dos provetes mais pequenos (\varnothing 60 mm), o ciclo térmico de secagem pode ser de 315 minutos. Com esta secagem obtém-se uma percentagem de humidade relativamente baixa e uma friabilidade semelhante aos provetes sujeitos a um ciclo de secagem completo.

Constatou-se também, que a percentagem de humidade presente nas mós abrasivas, na fase de secagem, está relacionada com a pressão de compactação (aumentado quando a pressão aumenta). No entanto, observou-se que se o ciclo térmico de secagem for completo, a pressão de compactação já não tem nenhuma influência na qualidade da secagem.

Relativamente à alteração do ciclo térmico de secagem foi possível observar que se a velocidade de aquecimento do ciclo térmico de secagem aumentar de 0,25 para 0,5°C/min o teor de humidade presente nos provetes é semelhante, podendo encurtar a fase de aquecimento em 120 minutos. Foi possível constatar que quando os provetes são colocados diretamente a temperaturas elevadas é possível obter uma percentagem de humidade baixa, sem observar o aparecimento de fissuras, no entanto, este deve ser um procedimento estudado mais profundamente.

Um dos objetivos principais do trabalho era desenvolver modelos matemáticos para tentar prever a percentagem de humidade presente em mós abrasivas com diferentes geometrias. E concluiu-se que os modelos desenvolvidos podem ser aplicados para mós com geometria semelhantes aos provetes de \varnothing 60 mm, no entanto não é possível extrapolar estes modelos para provetes com geometrias superiores.

Através dos ensaios de caracterização, obtida pela análise de FTIR, observou-se que o ciclo térmico de secagem não promove a formação de novos compostos, servindo apenas para eliminar o líquido presente nas peças. Nos ensaios de caracterização mecânica concluiu-se que à medida que o ciclo térmico de secagem progride a resistência à compressão diminui e que os provetes com menos 10% de aditivos têm valores de resistência à compressão e uma friabilidade muito próxima de provetes com uma composição normal.

Em suma, este trabalho trouxe várias propostas de alteração do processo produtivo à empresa em colaboração. Em particular salienta-se a redução do tempo do ciclo térmico de secagem e a possibilidade de diminuir a quantidade de aditivos (cerca de 10%). Se for aplicado a empresa consegue diminuir os custos energéticos, reduzir o tempo de processamento, a mão-de-obra e o custo de produção de mós abrasivas. Este trabalho trouxe também a possibilidade de prever a percentagem de humidade presente em mós com diâmetros até 60 mm.

4.2- Trabalhos futuros

Com este trabalho foi possível ter uma compreensão sobre o que acontece durante o ciclo térmico de secagem. Este procedimento é dos mais dispendiosos no processo de produção de mós abrasivas. Contudo, e apesar do trabalho de investigação extensivo aqui realizado, existem aspetos que se deveriam estudar e/ou melhorar:

- Realizar ensaios de secagem para provetes com geometrias diferentes de forma a comparar e a chegar a um modelo mais global;
- Estudar a redução dos aditivos mais profundamente ou a possibilidade de substituir a Ureia por outro aditivo menos poluente;
- Realizar ensaios de flexão em provetes para uma noção mais aprofundada das condições de manuseamento dos corpos em verde;
- Estudar e melhorar o ciclo térmico de sinterização utilizado na empresa em colaboração.

Capítulo 5- Referências

5.1- Referências de imagens

- [1] <http://www.atlantic-schleifscheiben.de>, catalogo consultado em 2012
- [3] <http://www.moxace.cl>, consultado em 2012
- [5] www.dragaoabrasivos.pt, consultado em 2012
- [4] <http://www.madeira.ufpr.br/ceim/>, consultado em 2012
- [5] Rahaman, M.N. Ceramic Processing and Sintering; Marcel Dekker, Inc, New York; pp. 344-358, 2003
- [6] J. L. A. Albero, “ A Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial Parte V- Descrição da Etapa da Prensagem”, Instituto de Tecnologia Ceramica, Universidade de Valência, 2000
- [7] ALVAREZ, B. Lección 6.Cerámicas/Secado. Disponível em:<http://www.etsimo.uniovi.es/usr/fblanco/Leccion6.SECADO.pdf>, consultado em 2013
- [8] S. J. Schneider, “Ceramic and Glasses, Volume 4”, ASM International, USA, 1987.
- [9] <http://www.ebah.com.br>; consultado em 2013
- [10] <http://www.ams.usda.gov>; consultado em 2013
- [11] <http://webmineral.com/data/Urea.shtml>; consultado em 2013

5.2- Referências bibliográficas

- [1] Rahaman, M.N. Ceramic Processing and Sintering; Marcel Dekker, Inc, New York; pp. 1-2, 2003.
- [2] <http://www.atlantic-schleifscheiben.de>, catalogo consultado em 2012.
- [3] S. J. Schneider, “Ceramic and Glasses, Volume 4”, ASM International, USA, 1987.
- [4] G.C. Nussbaum, “Rebolos e Abrasivos, Tecnologia Básica, Volume 1”, Ícone Editora, São Paulo (Brasil), 1988.
- [5] <http://www.madeira.ufpr.br/ceim/>, consultado em 2012
- [6] J. L. A. Albero, “ A Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial Parte I- O Preenchimento das Cavidade do Molde”, Instituto de

Tecnologia Ceramica, Universidade de Valência, Cerâmica Industrial, Setembro/Outubro 2000.

[7] William Smith, Princípios de Ciência em Engenharia dos Materiais, Mc Graw Hill, 2006.

[8] Bernhardt, C. Adv Colloid Interfare Sci. 1988, Vol. 71, 1647

[9] Rahaman, M.N. Ceramic Processing and Sintering; Marcel Deckker, Inc, New York; pp. 344-358, 2003

[10] J. L. A. Albero, “ A Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial Parte V- Descrição da Etapa da Prensagem”, Instituto de Tecnologia Ceramica, Universidade de Valência, ” Cerâmica Industrial, Maio/Junho 2001.

[11] J.N. Holanda, “ Secagem de Materiais cerâmicos”, Universidade Estadual do Norte, Brasil, 2010.

[12]C. F. Vieira, H. S. Feitosa, S.N. Monteiro,” Avaliação da secagem de cerâmica vermelha através da curva de Bigot”. Cerâmica Industrial, Janeiro/Fevereiro 2003.

[13]Brook, R.J. Concise Encyclopedia of Advance Ceramic Materials; Brook, R.J. ed; The MIT Press: Cambridge, Massachusetts, pp,1-8 1990.

[14] R. L. Coble,”Sintering Crystalline Solids. Intermediate and Final State Difusion Models”, J. Appl. Phys, 1961

[15] Rahaman, M.N. Ceramic Processing and Sintering; Marcel Deckker, Inc, New York; pp. 32-33, 2003

[16] Bruncle C.; Evans C.; Wilson S.; Encyclopedia of Materials Characterization, Manning Publications Co.; USA; ; pp. 70-120, 1992.

[17] Bruncle C.; Evans C.; Wilson S.; Encyclopedia of Materials Characterization, Manning Publications Co.; USA; pp. 416-427, 1992.

[18] Davim, J; Magalhães, A; Ensaios Mecânicos e Tecnológicos; Estante Editora; pp- 50-53, 1992.

Anexos I

Valor da distância à periferia ao centro do provete, tempo, e % de humidade utilizados no capítulo da modelação de resultados. Estes valores apresentados referem-se a provetes prensados a 17,68 N/mm².

Provetes com 60 mm de diâmetro.

Tabela 1- Valores obtidos experimentalmente na Etapa 1 do ciclo térmico de secagem para provetes com 60 mm de diâmetro.

d (mm)	t (min)	% Humidade
4,6	120	0,88
6,4	120	0,92
14,8	120	1,67
18	120	1,57
23,8	120	1,84
27,9	120	1,64

Tabela 2- Valores obtidos experimentalmente na Etapa 2 do ciclo térmico de secagem para provetes com 60 mm de diâmetro.

d (mm)	t (min)	% Humidade
4,9	180	0,55
4,9	180	0,59
12,2	180	0,85
13,8	180	0,88
18,4	180	1,10
23,0	180	1,20
25,8	180	1,15
30,5	180	1,06

Tabela 3-- Valores obtidos experimentalmente na Etapa 3 do ciclo térmico de secagem para provetes com 60 mm de diâmetro.

d (mm)	t (min)	% Humidade
3,8	240	0,46
4,2	240	0,44
12,1	240	0,54
12,2	240	0,58
20,4	240	0,91
24,1	240	1,10
28,4	240	1,13

Tabela 4- Valores obtidos experimentalmente na Etapa 4 do ciclo térmico de secagem para provetes com 60 mm de diâmetro.

d (mm)	t (min)	% Humidade
3,5	315	0,37
3,9	315	0,34
10,4	315	0,38
12,3	315	0,35
17,4	315	0,35
20,0	315	0,34
25,2	315	0,36
28,1	315	0,35

Tabela 5- Valores obtidos experimentalmente na Etapa 5 do ciclo térmico de secagem para provetes com 60 mm de diâmetro.

d (mm)	t (min)	% Humidade
3,0	1260	0,25
3,9	1260	0,19
9,4	1260	0,18
12,1	1260	0,18
17,0	1260	0,16
19,9	1260	0,21
25,1	1260	0,15
27,1	1260	0,18

Provetes com 100 mm de diâmetro.

Tabela 6- Valores obtidos experimentalmente na Etapa A do ciclo térmico de secagem para provetes com 100 mm de diâmetro.

d (mm)	t (min)	% Humidade
5,04	120	1,32
5,64	120	1,38
9,79	120	1,92
14,68	120	1,66
23,51	120	1,90
24,77	120	1,97
33,81	120	1,89
35,40	120	1,98
43,74	120	1,93

Tabela 7- - Valores obtidos experimentalmente na Etapa B do ciclo térmico de secagem para provetes com 100 mm de diâmetro.

d (mm)	t (min)	% Humidade
4,24	180	0,92
7,00	180	1,19
12,12	180	1,72
12,25	180	1,54
19,62	180	1,60

27,17	180	1,65
28,64	180	1,82
35,61	180	1,61
38,09	180	1,75
43,81	180	1,70
47,80	180	1,71

Tabela 8- - Valores obtidos experimentalmente na Etapa C do ciclo térmico de secagem para provetes com 100 mm de diâmetro.

d (mm)	t (min)	% Humidade
4,07	240	0,40
5,35	240	0,51
9,93	240	1,41
10,65	240	0,70
18,32	240	1,22
24,55	240	1,55
27,74	240	1,29
34,03	240	1,57
36,76	240	1,48
44,20	240	1,60
45,97	240	1,52

Tabela 9-- Valores obtidos experimentalmente na Etapa D do ciclo térmico de secagem para provetes com 100 mm de diâmetro.

d (mm)	t (min)	% Humidade
4,50	315	0,55
6,01	315	0,61
12,24	315	1,09
12,80	315	0,70
22,91	315	1,37
29,47	315	1,66
35,25	315	1,57
39,96	315	1,47
47,90	315	1,58

Tabela 10- Valores obtidos experimentalmente na Etapa E do ciclo térmico de secagem para provetes com 100 mm de diâmetro.

d (mm)	t (min)	% Humidade
3,90	380	0,29
5,15	380	0,31
11,03	380	0,40
12,07	380	0,35

21,22	380	0,68
26,87	380	0,76
31,85	380	1,27
36,89	380	1,30
42,52	380	1,38
47,33	380	1,41

Tabela 11- Valores obtidos experimentalmente na Etapa F do ciclo térmico de secagem para provetes com 100 mm de diâmetro.

d (mm)	t (min)	% Humidade
3,97	440	0,25
4,52	440	0,27
8,23	440	0,31
14,29	440	0,35
21,26	440	0,54
24,38	440	0,48
31,88	440	1,16
34,35	440	0,94
42,90	440	1,39
45,68	440	1,39

Tabela 12- Valores obtidos experimentalmente na Etapa G do ciclo térmico de secagem para provetes com 100 mm de diâmetro.

d (mm)	t (min)	% Humidade
4,11	1260	0,16
5,34	1260	0,17
10,69	1260	0,13
12,68	1260	0,15
22,40	1260	0,14
26,59	1260	0,14
32,88	1260	0,15
36,63	1260	0,15
42,97	1260	0,16
46,81	1260	0,14

Anexos II- Ensaio mecânicos de compressão realizados ao longo do ciclo térmico de secagem

Ensaio realizado na Etapa 3.

Figura 1- Ensaio de compressão na Etapa 3 para a amostra 1

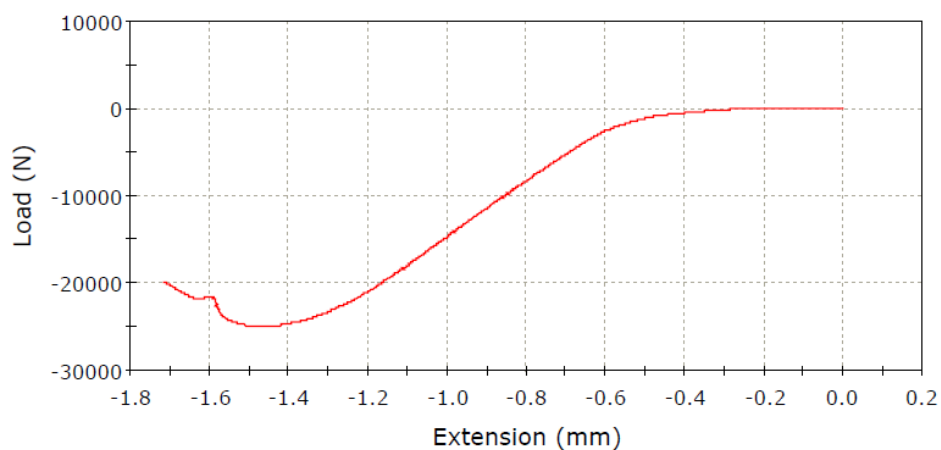


Figura 2- Ensaio de compressão na Etapa 3 para a amostra 2

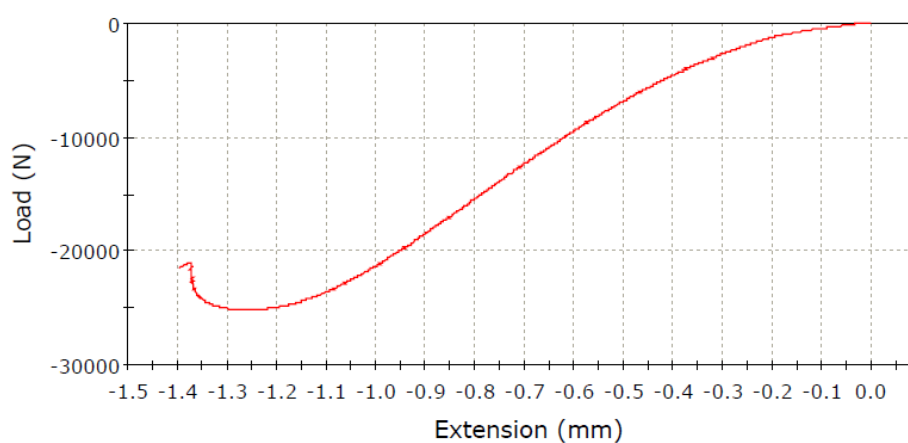


Figura 3- Ensaio de compressão na Etapa 3 para a amostra 3

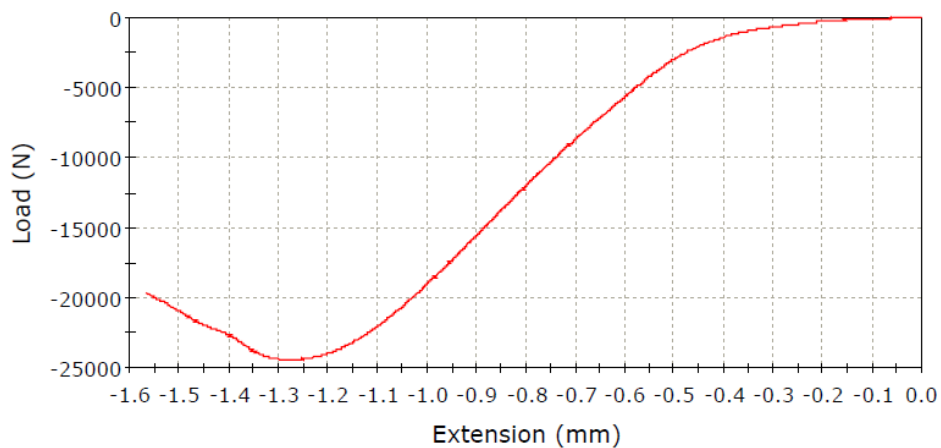


Figura 4- Ensaio de compressão na Etapa 3 para a amostra 4

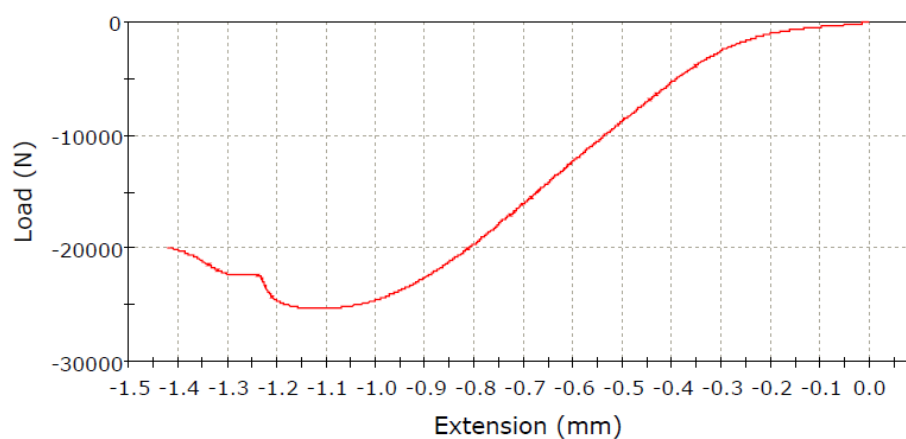
Ensaio realizado na Etapa 4.

Figura 5- Ensaio de compressão na Etapa 4 para a amostra 1

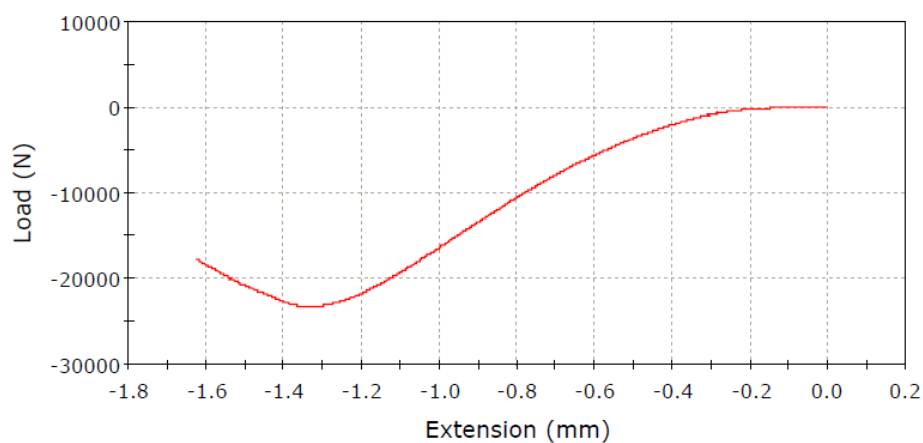


Figura 6- Ensaio de compressão na Etapa 4 para a amostra 2

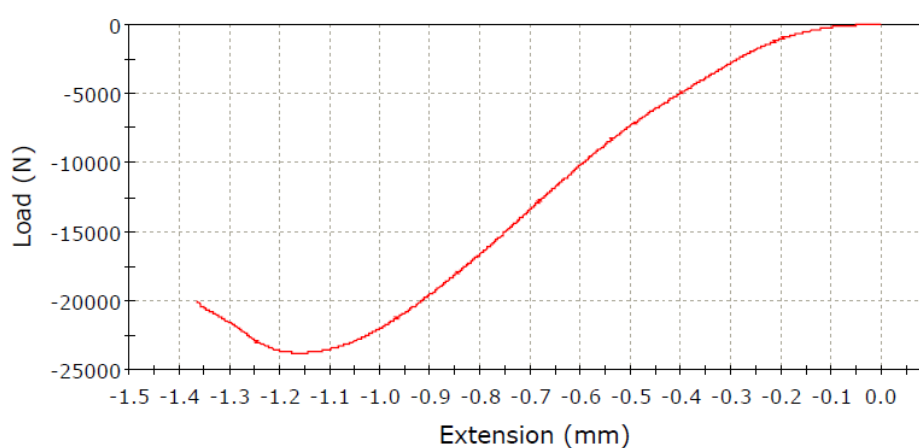
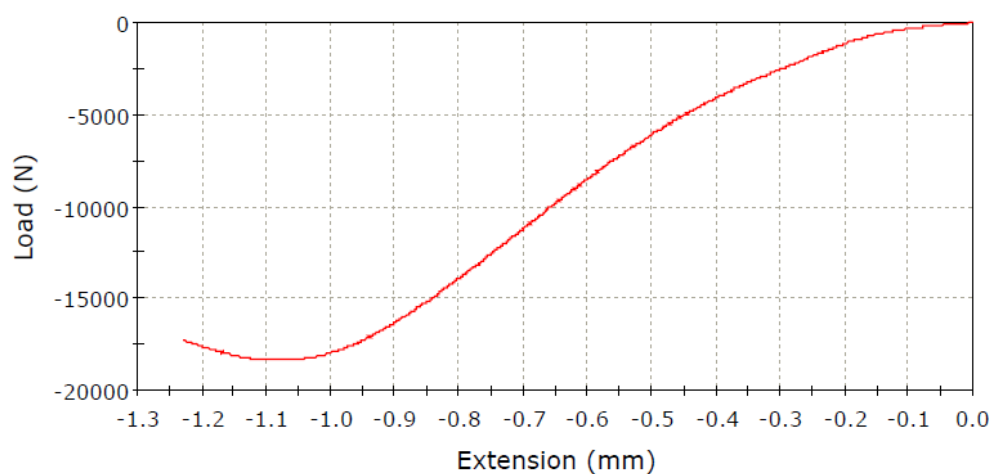


Figura 7- Ensaio de compressão na Etapa 4 para a amostra 3



Ensaio realizado na Etapa 5

Figura 8- Ensaio de compressão na Etapa 5 para a amostra 1

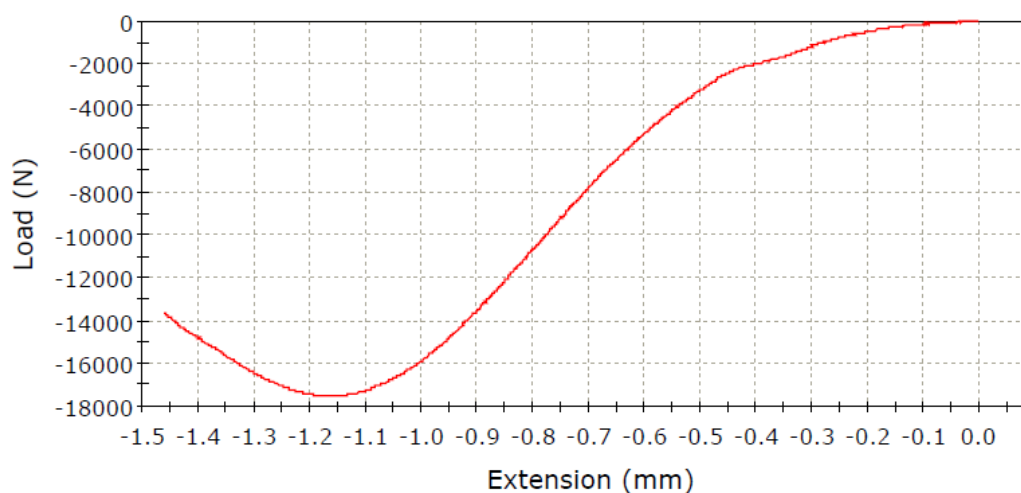


Figura 9- Ensaio de compressão na Etapa 5 para a amostra 5

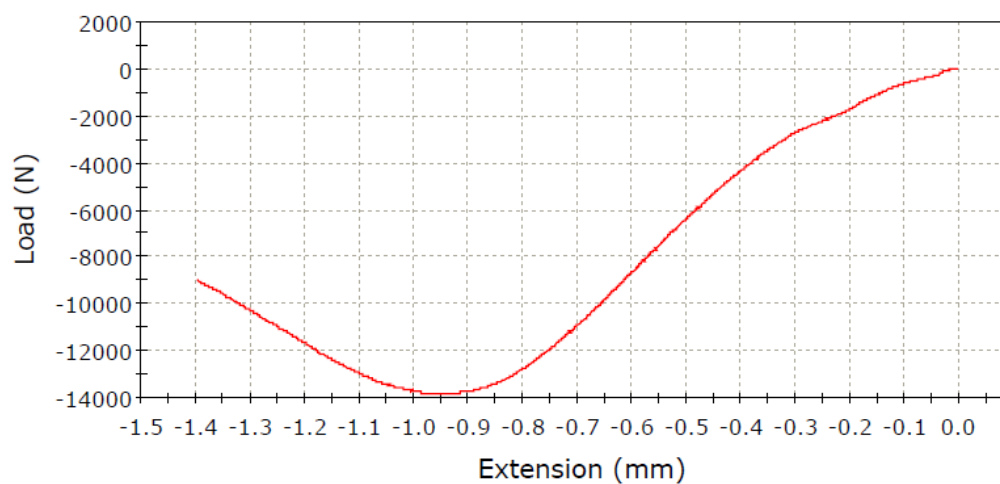


Figura 10- Ensaio de compressão na Etapa 5 para a amostra 3

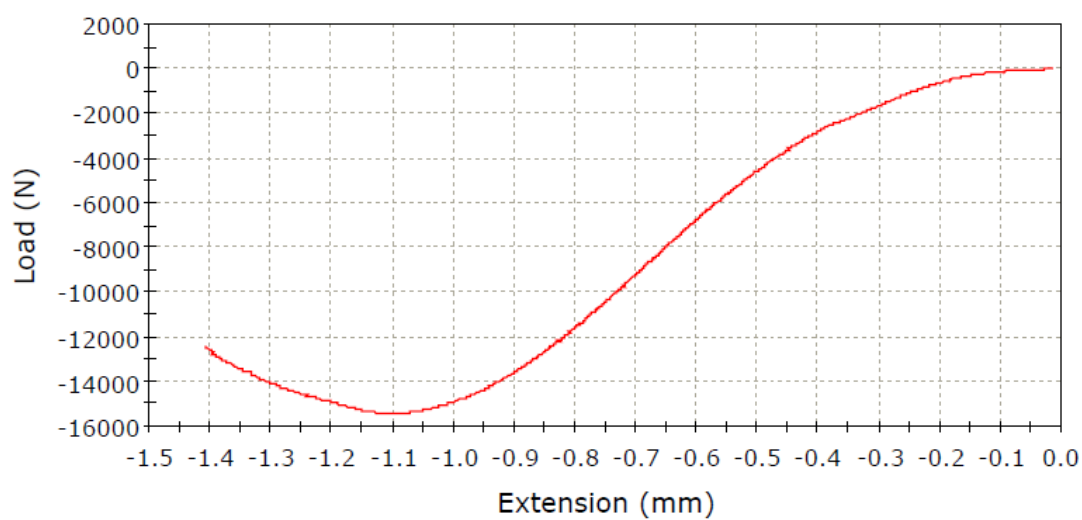
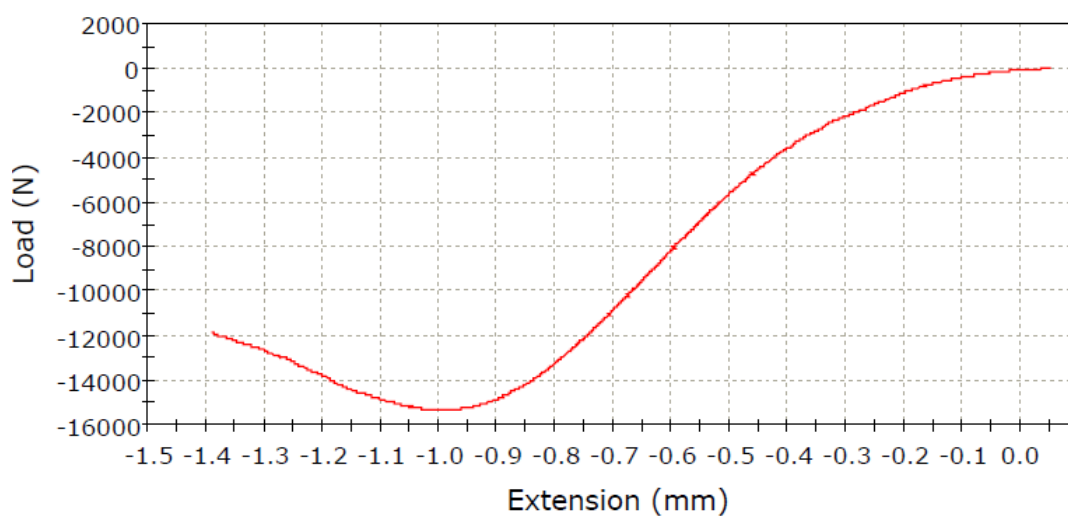


Figura 11- Ensaio de compressão na Etapa 5 para a amostra 4



Ensaio de compressão com a amostra a entrar diretamente a 110°C e a permanecer durante 120 minutos.

Figura 12- Ensaio de compressão em amostras diretamente colocadas a 110°C,
amostra 1

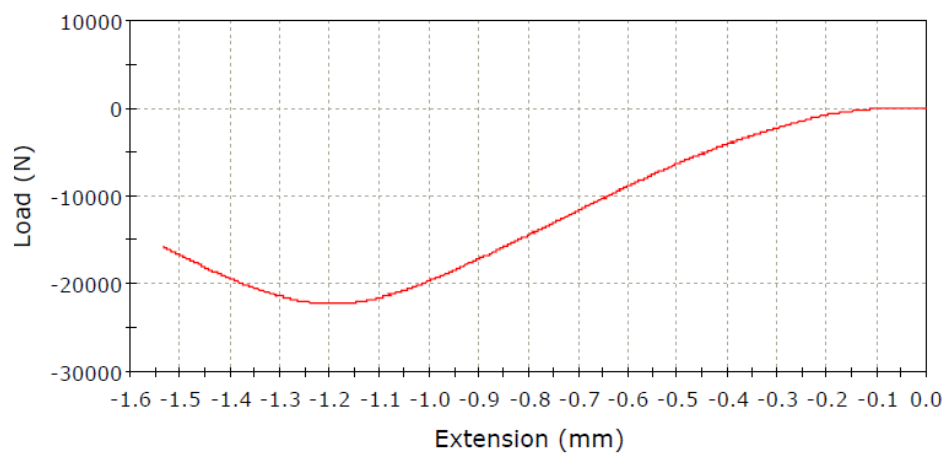


Figura 13- Ensaio de compressão em amostras diretamente colocadas a 110°C,
amostra 1

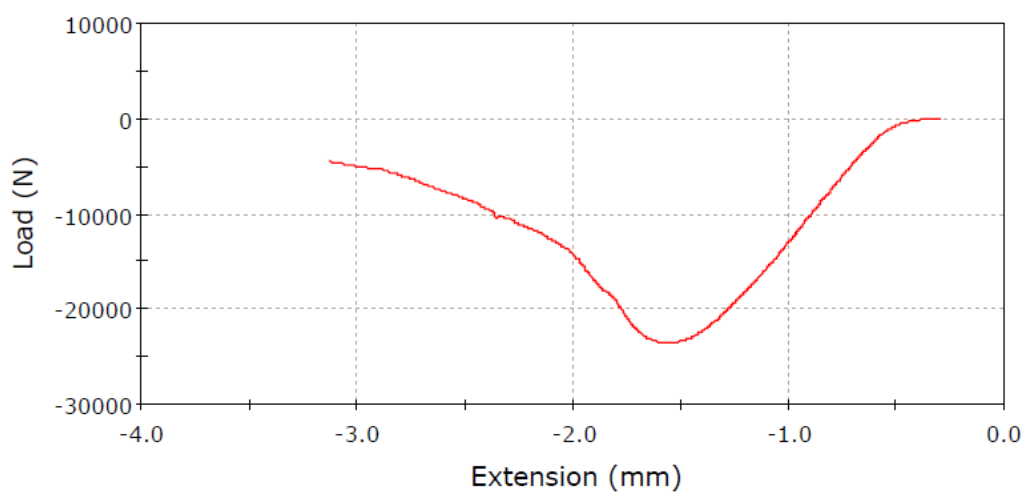


Figura 13- Ensaio de compressão em amostras diretamente colocadas a 110°C,
amostra 3

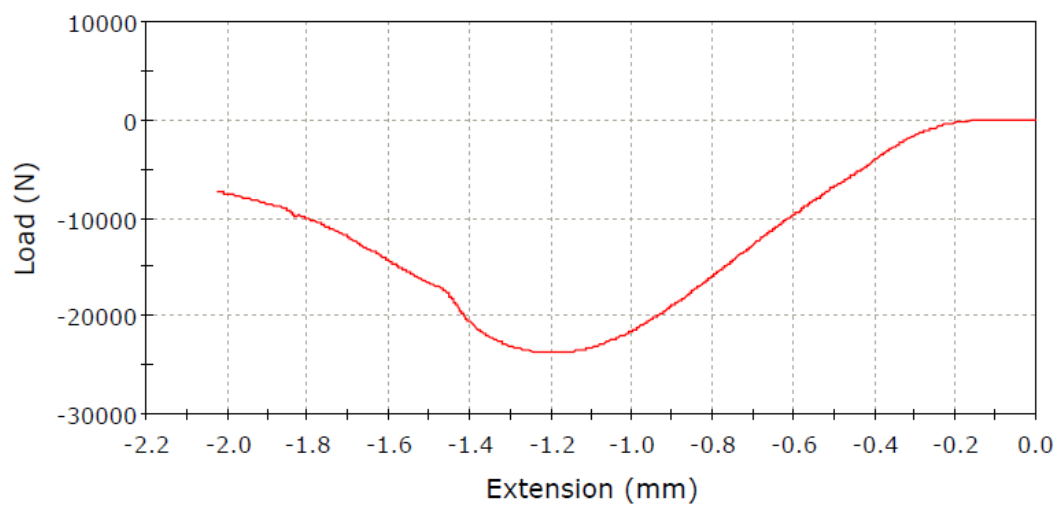
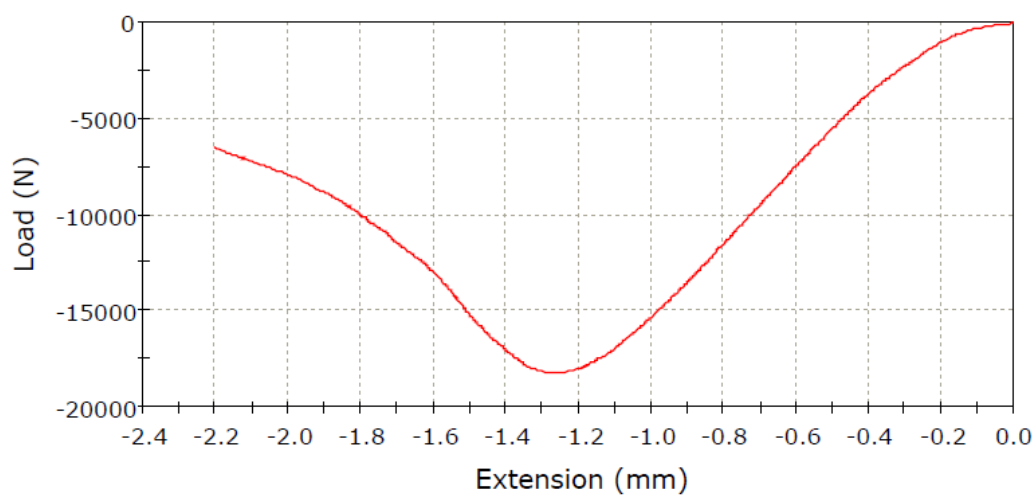


Figura 14- Ensaio de compressão em amostras diretamente colocadas a 110°C,
amostra 4



Anexo III- Ensaios mecânicos de compressão realizados em amostras com diferentes teores de aditivos

Menos 50% de Dextrina + Ureia

Figura 15- Ensaio de compressão para a amostra 1

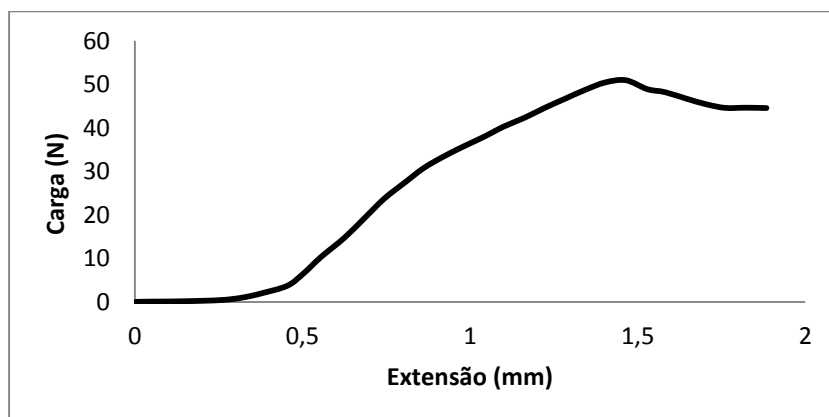
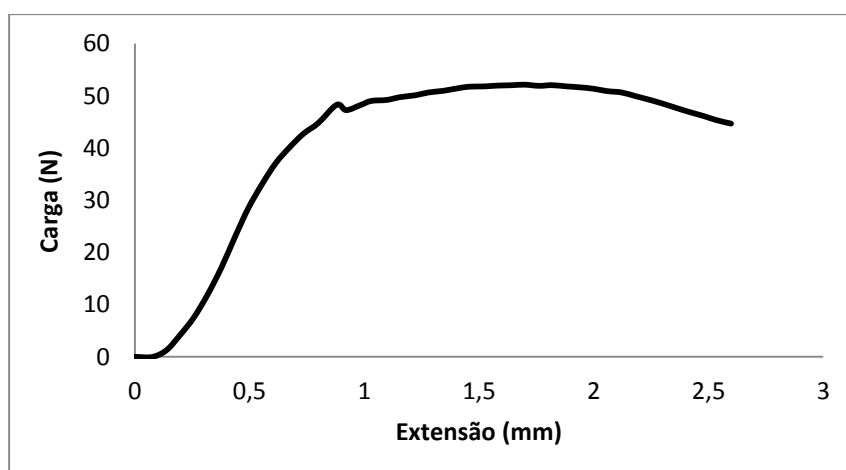


Figura 16- Ensaio de compressão para a amostra 2



Menos 50% DE Ureia + Álcool

Figura 17- Ensaio de compressão para a amostra 1

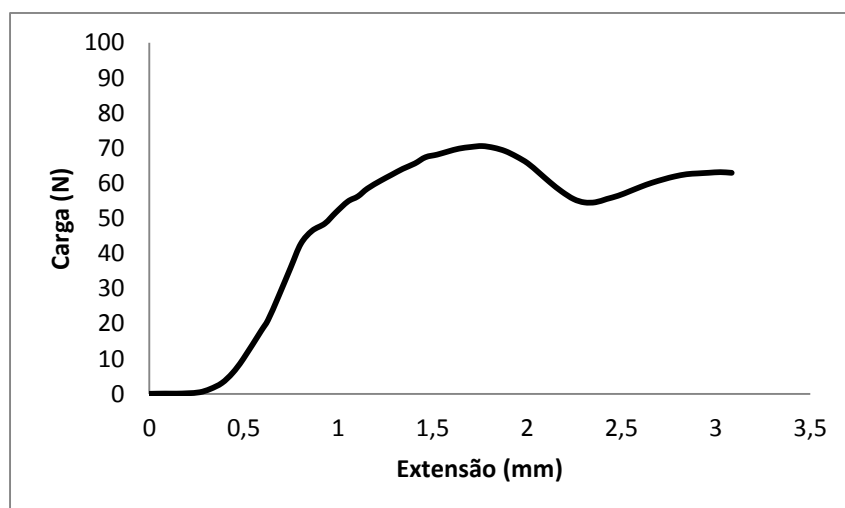
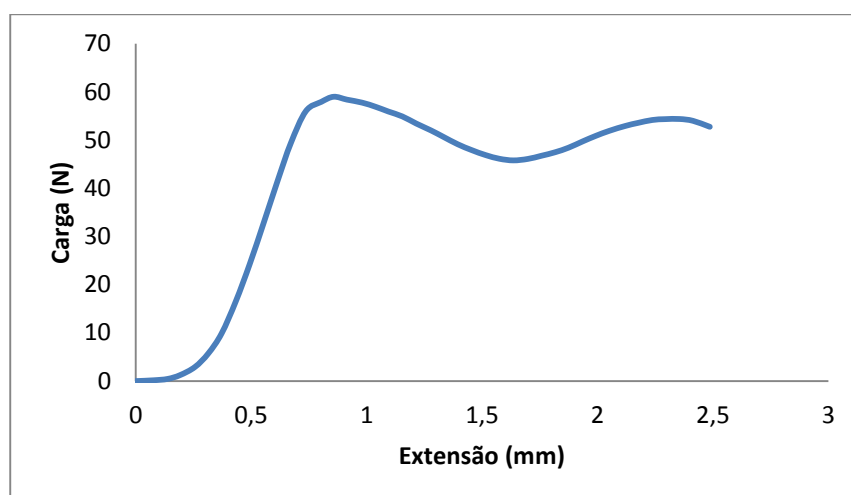


Figura 18- Ensaio de compressão para a amostra 2



Menos 20% de Dextrina + Ureia

Figura 19- Ensaio de compressão para a amostra 1

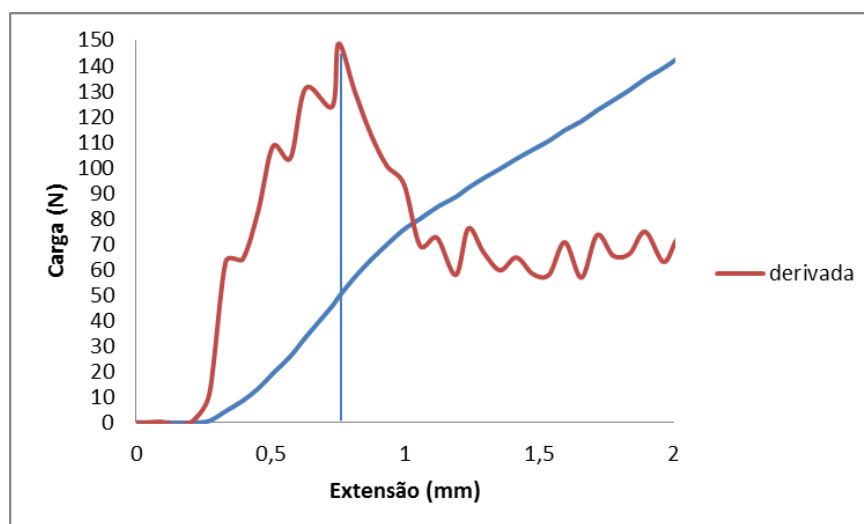
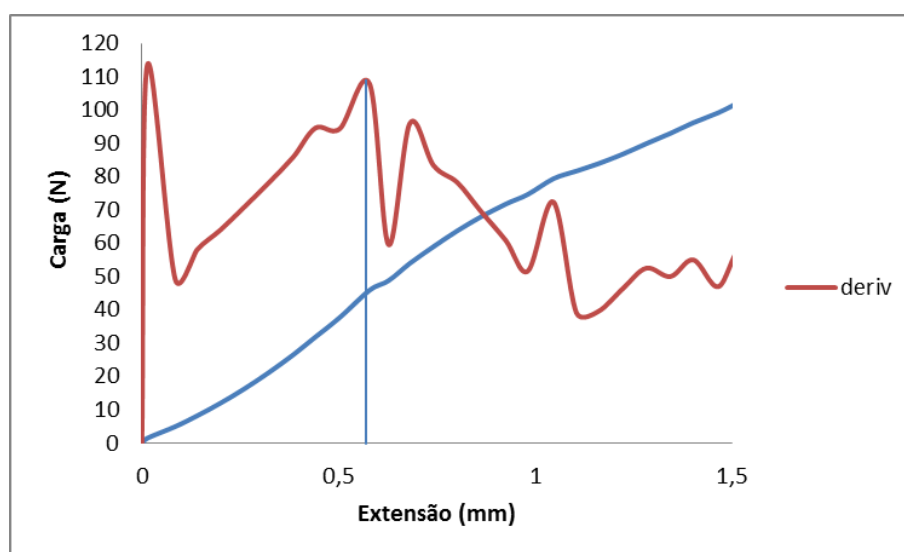


Figura 20- Ensaio de compressão para a amostra 2



Menos 20% DE Ureia + Álcool

Figura 21- Ensaio de compressão para a amostra 1

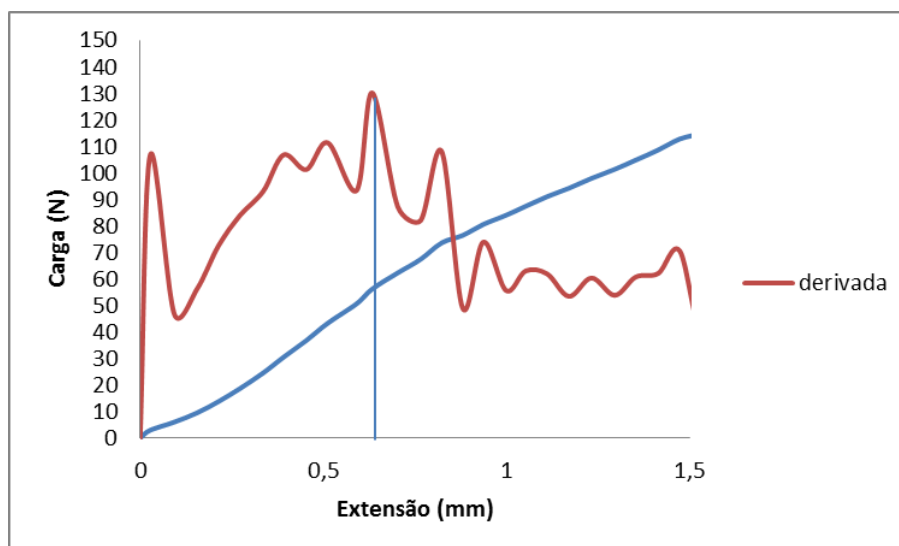
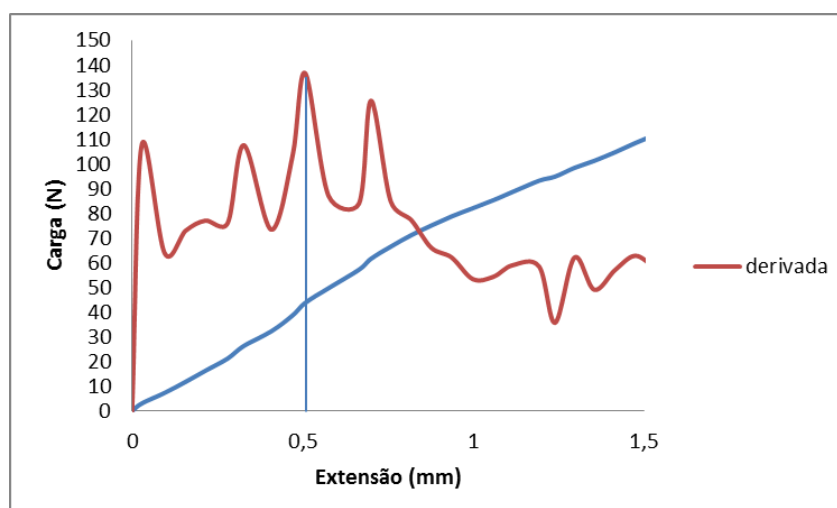


Figura 22- Ensaio de compressão para a amostra 2



Menos 10% de Dextrina + Ureia

Figura 23- Ensaio de compressão para a amostra 1

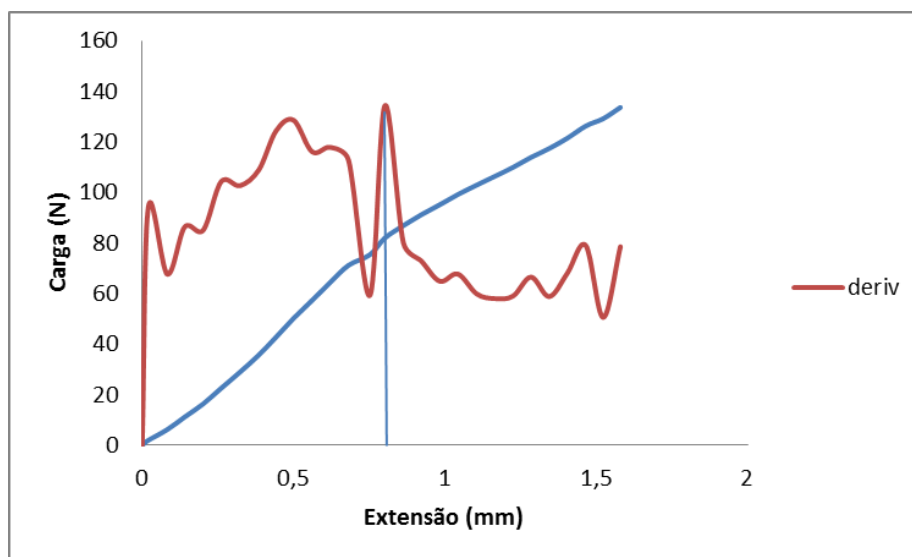
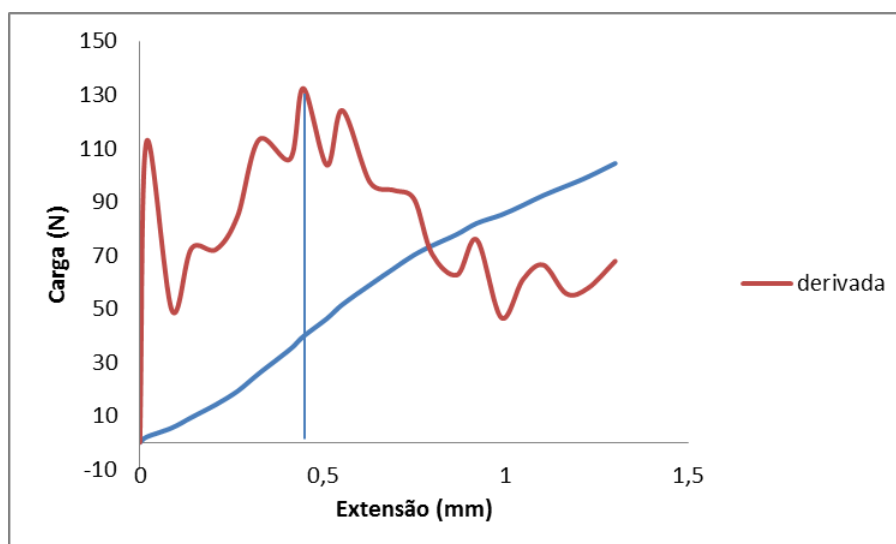


Figura 24- Ensaio de compressão para a amostra 2



Menos 10% DE Ureia + Álcool

Figura 25- Ensaio de compressão para a amostra 1

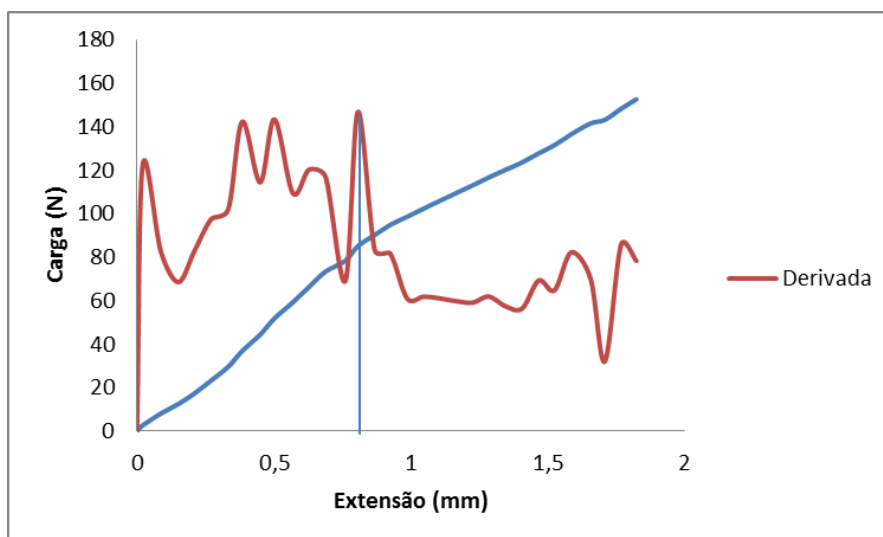
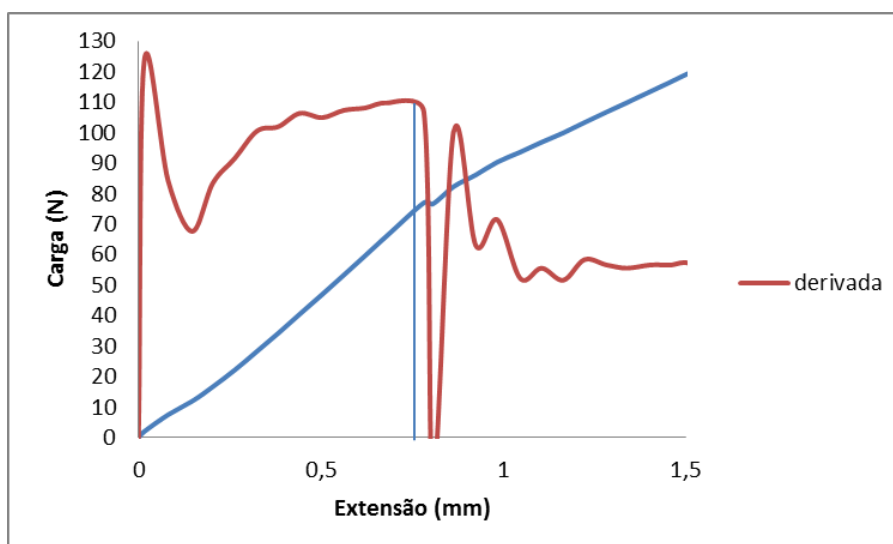


Figura 26- Ensaio de compressão para a amostra 2

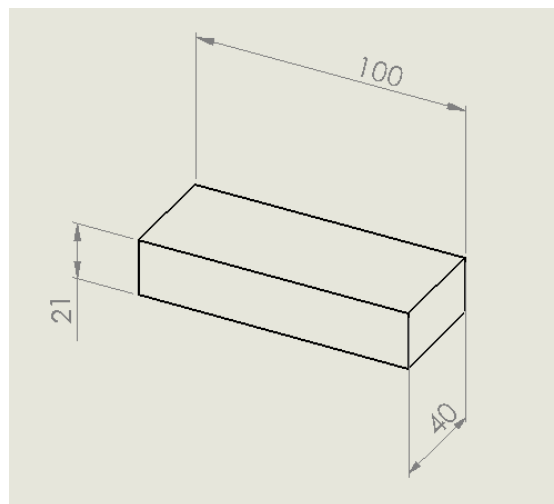
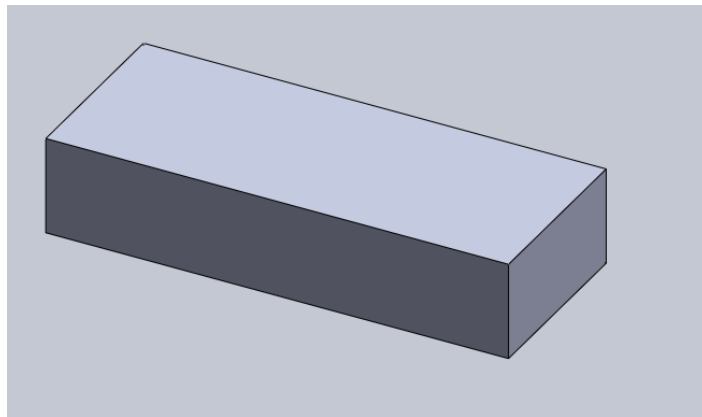


Anexos IV- Projeto de uma matriz para ensaios de flexão

Neste trabalho não foram realizados ensaios de flexão devido à incapacidade de produzir provetes próprios para estes ensaios. Esta incapacidade de uma matriz capaz de produzir provetes com uma geometria capaz de realizar ensaios de flexão.

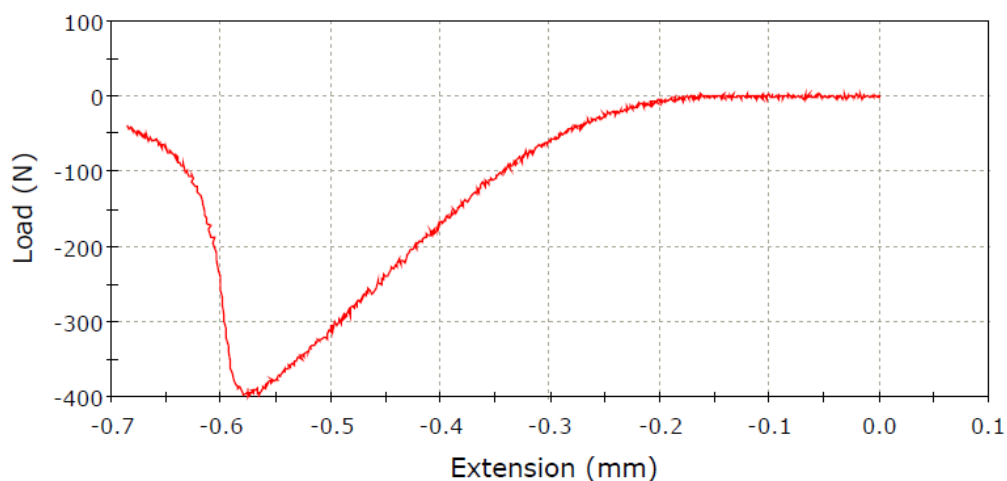
Como não foram encontradas Normas para ensaios de flexão em cerâmicos sem ser sinterizados procedeu-se a ensaios de flexão preliminares, obtendo assim uma ideia do tamanho que o provete deve ter.

Representação do provete utilizado e a respetiva geometria.



Unidade: mm

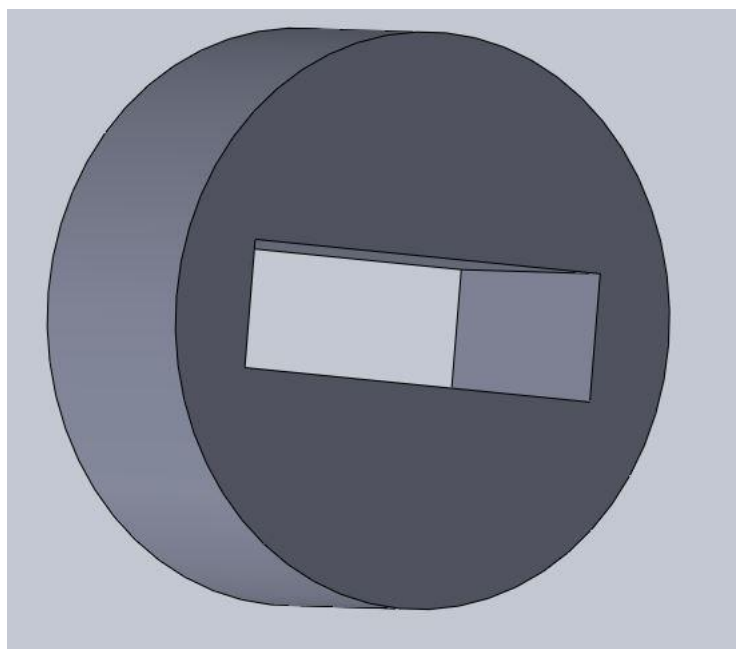
Testes preliminares de ensaios mecânicos de flexão



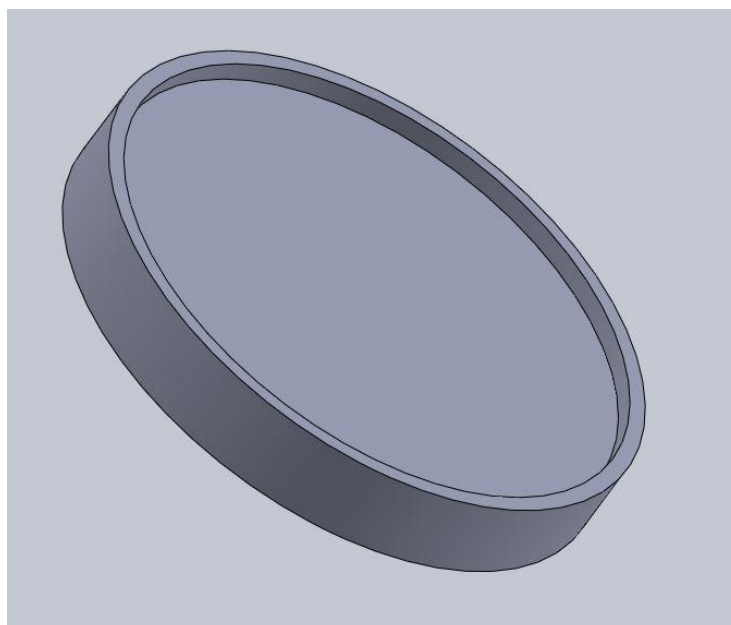
No teste realizado é possível observar que o provete tem uma geometria que permita que o equipamento consiga reproduzir um ensaio de flexão onde seja possível detetar quando a amostra parte.

Após isto, foi projetada uma nova matriz para produzir provetes com uma geometria aproximadamente igual ao provete testado.

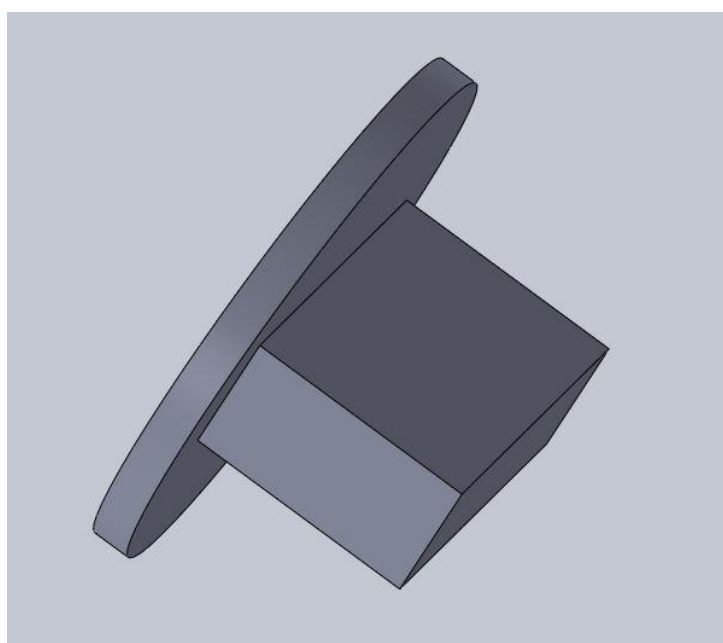
Representação da geometria do corpo central da matriz idealizada.



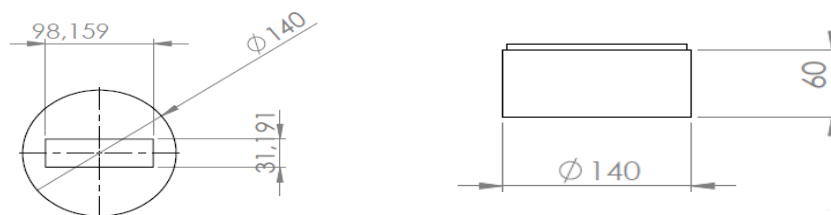
Representação da geometria da parte inferior da matriz idealizada.



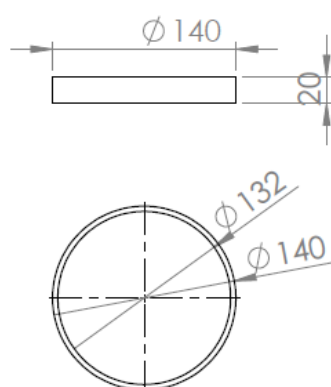
Representação da geometria do punção da matriz idealizada.



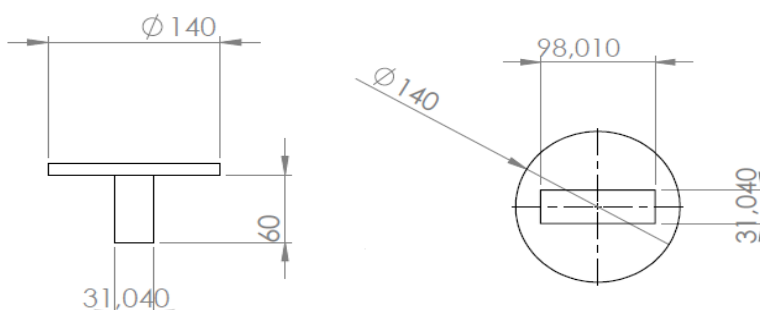
Em seguida apresenta-se em detalhe as medidas idealizadas.



Unidades: mm



Unidades: mm



Unidade: mm

Com esta matriz já é possível testar com mais rigor os esforços a que as peças estão sujeitas durante o seu processamento, mais propriamente o seu manuseamento após a secagem e a sua colocação no forno de sinterização.